

№5
(159)
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

№ 5 (159) май 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

CONTENTS

- | | |
|---|--|
| <p><u>Жаропрочные сплавы и стали</u>
 Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Коробова Е.Н., Севальнева Т.Г. Формирование микроструктуры, фазового состава и механических свойств высокоуглеродистой подшипниковой стали на различных этапах обработки 3</p> <p>Римша Э.Г., Базылева О.А., Луцкая С.А., Артеменко Ю.В. Исследование целесообразности применения интерметаллидного сплава ВКНА-1В Моно взамен ВКНА-1ВР для изготовления сопловых лопаток турбины высокого давления перспективного ГТД 13</p> <p><u>Легкие сплавы</u>
 Волкова Е.Ф., Акинина М.В., Мостяев И.В., Дуюнова В.А., Алиханян А.А. Система «магний–гадолиний» – новый шаг в развитии перспективных магниевых сплавов 25</p> <p><u>Полимерные материалы</u>
 Дубровин И.М., Манжосова Е.Н., Исаев А.Ю., Лукина Н.Ф. Термопластичные чувствительные к давлению клеи на основе бутадиен-стирольных сополимеров: свойства и примеры использования 42</p> <p><u>Композиционные материалы</u>
 Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Серкова Е.А., Семина А.В., Долгова Е.В., Турченко М.В., Куршев Е.В. Аддитивное получение алюмо-оксидной керамики методом цифровой обработки светом 55</p> <p>Корниенко Г.В., Двирная Е.В., Старцев О.В., Кротов А.С. Изменение свойств авиационных ПКМ после 6 лет экспозиции в типовых зонах России. Часть 1. Влагоперенос и деформативность 75</p> <p><u>Защитные и функциональные покрытия</u>
 Будинковский С.А., Бенклян А.С., Азаровский Е.Н., Татарников С.В. Влияние электрического потенциала подложки на состав и структуру осаждаемого конденсата в ионно-плазменном технологическом процессе нанесения покрытий системы NiCrAl 94</p> | <p><u>Heat-resistant alloys and steels</u>
 Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Korobova E.N., Sevalneva T.G. Formation of microstructure, phase composition and mechanical properties of high-carbon bearing steel at various stages of processing</p> <p>Rimsha E.G., Bazyleva O.A., Lutsкая S.A., Artemenko J.V. Study of the feasibility of using intermetallic alloy VKNA-1V Mono instead of VKNA-1VR for the manufacture of nozzle blades of a high-pressure turbine of a promising gas turbine engine</p> <p><u>Light-metal alloys</u>
 Volkova E.F., Akinina M.V., Mostyaev I.V., Duyunova V.A., Alikhanyan A.A. The magnesium–gadolinium system is a new step in the development of promising magnesium alloys</p> <p><u>Polymer materials</u>
 Dubrovин I.M., Manzhosova E.N., Isaev A.Yu., Lukina N.F. Hot-melt pressure-sensitive adhesives based on styrene-butadiene copolymers: properties and applications</p> <p><u>Composite materials</u>
 Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Serkova E.A., Semina A.V., Dolgova E.V., Turchenko M.V., Kurshev E.V. Additive production of alumina ceramic by digital light processing</p> <p>Kornienko G.V., Dvirnaya E.V., Startsev O.V., Krotov A.S. Changes in the properties of aviation PCM after 6 years of exposure in typical climatic zones of Russia. Part 1. Moisture transfer and deformability</p> <p><u>Protective and functional coatings</u>
 Budinovskiy S.A., Benklyan A.S., Azarovskiy E.N., Tatarnikov S.V. The effect of substrate electrical potential on the composition and structure of deposited condensate in the ion-plasma process of NiCrAl coating</p> |
|---|--|

-
- | | |
|---|--|
| <p>Сорокин И.А., Мекалина И.В. Электрофизические, оптические и гидрофобные свойства тонких пленок оксида индия–олова, полученных магнетронным распылением</p> <p>Сидоров Д.В., Шавнев А.А. Политипные модификации карбида кремния в покрытиях</p> <p>Пискорский В.П., Потапов М.В., Валеев Р.А., Бузенков А.В., Моргунов Р.Б. Магнитотвердые материалы для навигационных приборов авиации, изготовленные на основе смеси неодима и празеодима</p> <p>Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Кривушина А.А., Старцев В.О. Токсичность микрочастиц лакокрасочных покрытий. Часть 1. Источники, состав и пути миграции в окружающей среде</p> | <p>103 Sorokin I.A., Mekalina I.V. Electrophysical, optical and hydrophobic properties of magnetron sputtered indium tin oxide thin films</p> <p>113 Sidorov D.V., Shavnev A.A. Polytype modifications of silicon carbide in coatings.</p> <p>123 Piskorsky V.P., Potapov M.V., Valeev R.A., Buzenkov A.V., Morgunov R.B. Hard magnetic materials for aviation navigation devices made on the basis of a mixture of neodymium and praseodymium</p> <p>133 Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O. Toxicity of micro-particles of paint coatings. Part 1. Sources, composition and ways of migration in the environment</p> |
| <p>Испытания материалов</p> | <p>Material tests</p> |
| <p>Гриневич А.В., Сибеев И.Г., Наприенко С.А., Кашапов О.С., Калашников В.С. Кинетика аномального разрушения образца из титанового сплава</p> <p>Шершак П.В., Яковлев Н.О., Баранников А.А. Испытания на изгиб образцов трехслойных сотовых панелей пола воздушных судов</p> <p>Дворецков Р.М., Карачеевцев Ф.Н., Бурковская Н.П., Савина К.В. Определение нитрида бора BN в композиционных порошковых материалах с помощью метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой</p> <p>Леонов А.А., Дуюнова В.А., Трофимов Н.В., Кузнецов В.В., Черкасов Д.И., Макаренко Д.А., Родионов Н.М., Комендо И.Ю., Михлин А.Л. Структурные особенности и электрохимические характеристики синтезированного из технических реактивов орторомбического пентоксида ванадия</p> <p>Кривушина А.А., Старцев В.О. Идентификация коллекции мицелиальных грибов НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ молекулярно-генетическими методами. Часть 2</p> <p>Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Павлов М.Р., Николаев Е.В. Влияние перепада температуры воздуха через нулевое значение на поверхностную целостность полимерного материала. Часть 2. Замораживание влаги</p> | <p>145 Grinevich A.V., Sibaev I.G., Naprienko S.A., Kashapov O.S., Kalashnikov V.S. Kinetics of anomalous fracture of a titanium alloy sample</p> <p>159 Shershak P.V., Yakovlev N.O., Barannikov A.A. Bending tests of aircraft floor sandwich honeycomb panel samples</p> <p>174 Dvoretzky R.M., Karachevtsev F.N., Burkovskaya N.P., Savina K.V. Determination of boron nitride BN in composite powder materials using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry</p> <p>186 Leonov A.A., Duyunova V.A., Trofimov N.V., Kuznetsov V.V., Cherkasov D.I., Makarenkov D.A., Rodionov N.M., Komendo I.Yu., Mihlin A.L. Structural features and electrochemical characteristics of orthorhombic vanadium pentoxide synthesized from technical reagents</p> <p>198 Krivushina A.A., Startsev V.O. Identification of the mycelial fungi collection of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM by molecular genetic methods. Part 2</p> <p>212 Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Pavlov M.R., Nikolaev E.V. The effect of the transition of air temperature through zero on the surface integrity of a polymer material. Part 2. Freezing of moisture</p> |
-

Научная статья

УДК 621.78

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-3-12

ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО СОСТАВА И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ ПОДШИПНИКОВОЙ СТАЛИ НА РАЗЛИЧНЫХ ЭТАПАХ ОБРАБОТКИ

Г.С. Севальнев¹, К.В. Дульнев¹, Е.Н. Коробова¹, Т.Г. Севальнева¹

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

Аннотация. Исследованы микроструктура, фазовый состав и механические свойства высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb при различных режимах термической обработки. Установлено, что применение многоступенчатого отпуска (до 5 циклов) и обработки холодом позволяет эффективно управлять фазовым составом стали, достигая содержания мартенсита до 90 %. При оптимальной термической обработке сталь демонстрирует пределы прочности до 2620 МПа и текучести 2160 МПа, относительные удлинение 6 % и сужение 8 %.

Ключевые слова: высокоуглеродистая подшипниковая сталь, микроструктура, фазовый состав, механические свойства, мартенсит, аустенит, обработка холодом

Для цитирования: Севальнев Г.С., Дульнев К.В., Коробова Е.Н., Севальнева Т.Г. Формирование микроструктуры, фазового состава и механических свойств высокоуглеродистой подшипниковой стали на различных этапах обработки // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-3-12.

Scientific article

FORMATION OF MICROSTRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH-CARBON BEARING STEEL AT VARIOUS STAGES OF PROCESSING

G.S. Sevalnev¹, K.V. Dulnev¹, E.N. Korobova¹, T.G. Sevalneva¹

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

Abstract. The paper investigates the microstructure, phase composition and mechanical properties of high-carbon bearing steel of the C–Cr–Mo–W–V–Nb alloying system under various heat treatment regimes. It has been established that the application of multi-stage tempering (up to 5 cycles) and cold treatment allows for effective control of the steel's phase composition, achieving a martensite content up to 90 %. With optimal heat treatment, the steel demonstrates tensile strength up to 2620 MPa, yield strength of 2160 MPa, relative elongation of 6 %, and reduction of area of 8 %.

Keywords: high carbon bearing steel, microstructure, phase composition, mechanical properties, martensite, austenite, cold treatment

For citation: Sevalnev G.S., Dulnev K.V., Korobova E.N., Sevalneva T.G. Formation of microstructure, phase composition and mechanical properties of high-carbon bearing steel at various stages of processing. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-3-12.

Введение

В машиностроении наиболее ответственным узлом большинства машин и механизмов являются подшипники качения, работающие в условиях циклического нагружения, поэтому к ним предъявляются повышенные требования [1–5]. Качество и долговечность деталей подшипников качения зависят от их конструкции, технологии изготовления и свойств используемого материала, которые формируются в зависимости от технологии термической обработки [6–12]. В связи с этим контролю качества термической обработки, а также разработке различных методов термической и комбинированной обработки материалов для подшипников качения уделяется особое внимание в научно-практической деятельности различных предприятий.

В настоящее время для изготовления подшипников качения применяют высокоуглеродистые подшипниковые стали мартенситного класса, которые способны работать в условиях высоких циклических нагрузок и температур 350–500 °С без значительного разупрочнения [13–17]. Высокий уровень механических, триботехнических и контактно-усталостных свойств, а также повышенная теплостойкость таких сталей достигаются путем легирования такими карбидообразующими элементами, как вольфрам, молибден, хром, ванадий, которые обеспечивают требуемые свойства благодаря формированию высокоуглеродистого мартенсита при закалке и выделению из мартенсита и остаточного аустенита мелкодисперсных карбидов при отпуске стали [18].

Аустенитная фаза в подшипниковых сталях строго регламентируется в зависимости от класса точности изделия, поскольку в процессе эксплуатации изделия при высоких механических нагрузках возможно ее превращение в мартенсит, что сопровождается объемными изменениями и приводит к ухудшению размерной стабильности подшипников. Данная проблема возникает при эксплуатации тяжелонагруженных подшипников, которые могут подвергаться кратковременному тепловому воздействию при температурах 300–500 °С при работе газотурбинного двигателя.

В современном мировом машиностроении для нужд авиационной промышленности используются высокоуглеродистые комплексно-легированные теплостойкие стали типа М50 с высоким содержанием карбидообразующих элементов для изготовления тяжелонагруженных подшипников качения. Для производства конкурентоспособных теплостойких отечественных подшипников в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана теплостойкая подшипниковая сталь мартенситного класса системы легирования С–Cr–Mo–W–V–Nb, свойства которой находятся на уровне свойств зарубежного аналога – стали М50 [13, 14]. Для обеспечения высокого уровня механических свойств сталь подвергают упрочняющей термической обработке, состоящей из закалки >1000 °С, и последующей серии отпусков в диапазоне температур 400–600 °С для снижения доли остаточного аустенита в структуре материала. Количество отпусков может достигать до пяти в зависимости от сорта полуфабриката, размера исходного зерна аустенита и качества проведенной закалки.

В большинстве научно-технических литературных источников, в том числе и зарубежных, рассматривается конечный этап термической обработки без промежуточных операций. Однако уровень свойств, который формируется на промежуточных этапах обработки, может обеспечивать альтернативный комплекс свойств, который может подходить для различных областей применения, в связи с чем задача по исследованию кинетики структурообразования, изменению фазового состава и механических свойств является актуальной.

Цель данной работы – исследование формирования микроструктуры, фазового состава и механических свойств высокоуглеродистой подшипниковой стали на различных этапах термической обработки и с применением дополнительных методов уменьшения остаточного аустенита, таких как обработка холодом.

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали образцы из высокоуглеродистой комплексно-легированной теплостойкой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb, дополнительно содержащей в химическом составе тугоплавкий карбидообразующий элемент Ta. Для упрочнения сталей данного класса применяют закалку с температур, обеспечивающих наиболее полное растворение избыточных фаз с последующим многократным отпуском для снижения доли остаточного аустенита в структуре стали и выделения специальных карбидов.

Для оценки формирования микроструктуры, фазового состава и механических свойств высокоуглеродистой подшипниковой стали образцы подвергали различным комбинациям упрочняющей термической обработки:

- закалка и низкотемпературный отпуск в диапазоне температур 150–250 °С (режим 1);
- закалка и последующий высокотемпературный отпуск в диапазоне температур 450–550 °С; количество отпусков варьировалось от 1 до 5 (режимы 2–6);
- закалка, обработка холодом, высокотемпературный трехкратный отпуск в диапазоне температур 450–550 °С (режим 7);
- закалка, высокотемпературный отпуск, обработка холодом, высокотемпературный отпуск (режим 8).

Металлографические исследования структуры проводили на металлографических шлифах, вырезанных в поперечном направлении после травления в растворе «Марбле», с применением оптического микроскопа, оснащенного фотокамерой и программой анализа изображений, в соответствии с ГОСТ 8233–56 и ГОСТ 5639–82 при увеличении $\times 200$.

Для количественной оценки структурных составляющих фаз в объеме материала и их изменения в зависимости от проведенных режимов упрочняющей термической обработки проводили магнитный анализ с измерением намагниченности насыщения по методу Штеблейна. Для получения доли мартенсита и аустенита проводили пересчет намагниченности насыщения по методике НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Для оценки формируемого уровня прочностных свойств проводили механические испытания на статическое растяжение цилиндрических образцов в соответствии с ГОСТ 1497–2023. Скорость движения траверсы при испытании составляла 5 мм/мин.

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

Результаты и обсуждение

Закалку проводили с температуры, обеспечивающей предельно возможное растворение карбидов легирующих элементов в твердом растворе. Продолжительность выдержки рассчитывали из условий формирования на образцах с допустимой для подшипниковой стали дисперсностью мартенсита. Низкотемпературный отпуск проводили в температурном диапазоне 150–250 °С для снятия остаточных напряжений, а высокотемпературный отпуск и обработку холодом – для снижения количества остаточного аустенита и дисперсионного твердения (выделения мелкодисперсных карбидных фаз).

Для исследования кинетики формирования микроструктуры проведен металлографический анализ (рис. 1).



Рис. 1. Микроструктуры ($\times 200$) высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb после различных режимов термической обработки

Видно, что после проведения закалки и низкотемпературного отпуска (режим 1) структура стали представляет собой мартенсит – от мелко- до среднеигольчатого с присутствием остаточного аустенита. Проведение однократного высокотемпературного отпуска после закалки (режим 2) позволило уменьшить долю остаточного аустенита, увеличить количество мартенсита и выделить мелкодисперсные карбиды легирующих элементов. Отпуск в диапазоне температур 450–550 °C от 2 до 5 раз (режимы 3–6) привел к дальнейшей реализации мартенситного превращения и выделению мелкодисперсных карбидных фаз из остаточного аустенита, однако визуально это практически не регистрируется.

Для оценки влияния обработки холодом, позволяющей уменьшить количество остаточного аустенита, приняли решение провести обработку холодом после закалки с последующим трехкратным высокотемпературным отпуском (режим 7). После данной обработки наблюдаются значительное уменьшение доли остаточного аустенита и увеличение доли мелкоигольчатого мартенсита, что наглядно видно из полученных металлографических снимков.

Термическая обработка по режиму 8: закалка, высокотемпературный отпуск, обработка холодом, высокотемпературный отпуск – позволила также в значительной степени снизить долю остаточного аустенита и увеличить долю мелкоигольчатого мартенсита (по сравнению с обработкой по режимам 6 и 7).

Металлографические исследования можно сопоставить с результатами магнитного анализа (рис. 2). Для высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb намагниченность насыщения 100%-ной мартенситной структуры составляет 1,7850 Тл, после закалки: 1,1935 Тл, что соответствует 63 % мартенсита и 37 % аустенита. После первого отпуска в диапазоне температур 450–550 °С намагниченность насыщения увеличивается до 1,2630 Тл, что соответствует 70 % мартенсита и 30 % аустенита. Увеличение количества отпусков до пяти приводит к увеличению намагниченности насыщения до 1,6 Тл, что в свою очередь привело к увеличению объемного содержания мартенсита до 90 % и снижению аустенита до 10 %. В целом оставшийся остаточный аустенит достаточно стабилен к температурному воздействию и последующий отпуск не приводит к увеличению намагниченности насыщения.

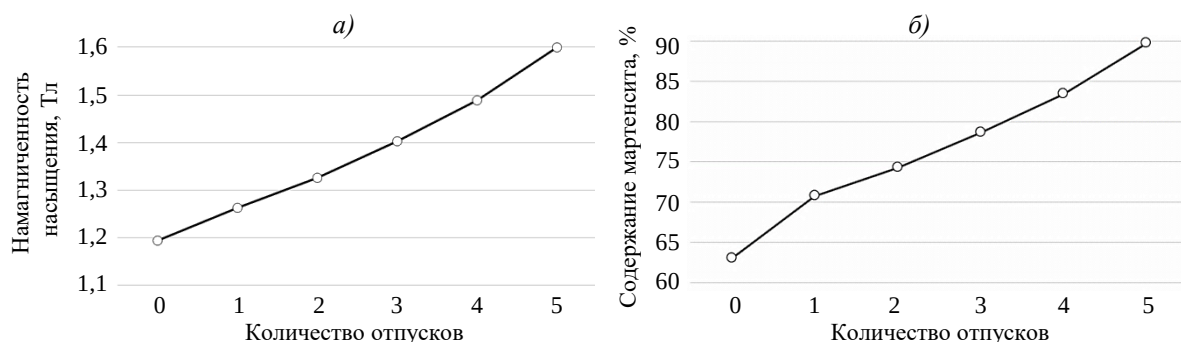


Рис. 2. Изменение намагниченности насыщения (а) и содержания мартенситной фазы (б) в зависимости от количества отпусков образцов высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb

Сравнительный анализ намагниченности насыщения и количества мартенсита (рис. 3) после закалки и пятикратного отпуска (режим б) с режимами, в которых дополнительно применяется обработка холодом, показал следующие результаты. Обработка холодом после закалки и последующего трехкратного отпуска (режим 7) позволяет достигнуть намагниченности насыщения 1,5785 Тл (88,5 % мартенсита), а применение режима 8 «отпуск–обработка холодом–отпуск»: 1,5980 Тл (89,5 % мартенсита). Данное исследование показывает, что стабильность аустенита при применении предварительного высокотемпературного отпуска снижается и позволяет достигнуть более высоких значений намагниченности насыщения и объемного содержания мартенсита в структуре материала.

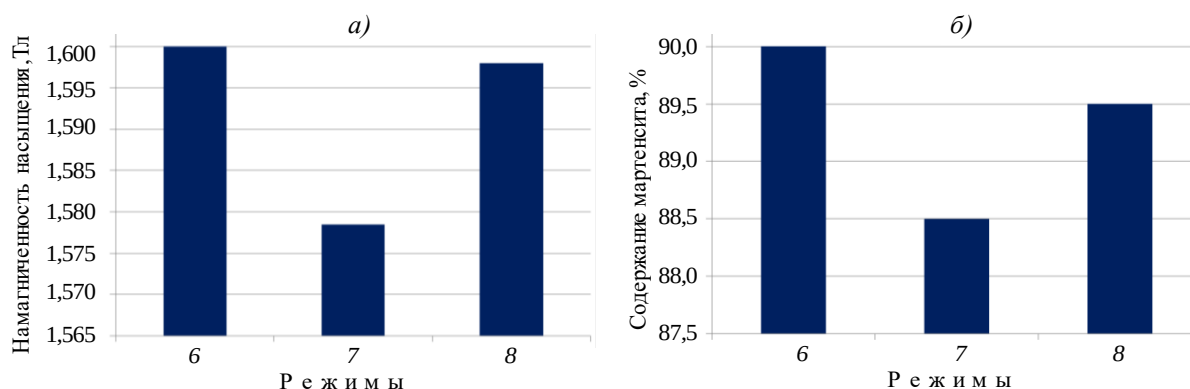


Рис. 3. Изменение намагниченности насыщения (а) и содержания мартенситной фазы (б) в зависимости от режима термообработки образцов высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb

Основная цель данной работы – исследование изменения механических свойств в зависимости от этапа термической обработки, а также от применения дополнительной обработки холодом в различных комбинациях с высокотемпературным отпуском. Результаты исследований механических свойств в зависимости от количества отпусков после закалки представлены на рис. 4.

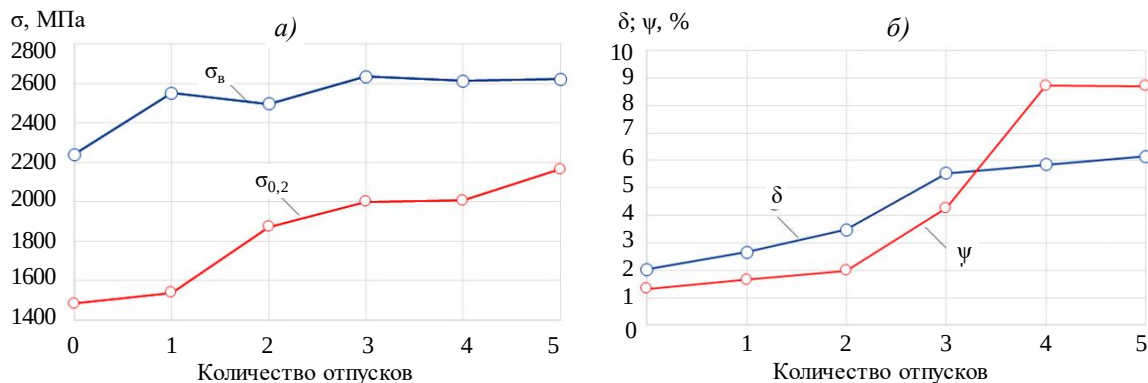


Рис. 4. Изменение пределов прочности σ_B и текучести $\sigma_{0,2}$ (а), а также относительных удлинения δ и сужения ψ (б) в зависимости от количества отпусков образцов высокоуглеродистой подшипниковой стали системы легирования C–Cr–Mo–W–V–Nb

Видно, что проведение термической обработки по режиму 1 (закалка и низкотемпературный отпуск) дает наименьшие значения механических свойств: $\sigma_B = 2240$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1480$ МПа, $\delta = 2\%$, $\psi = 1,3\%$, при этом для данных образцов характерно наличие наибольшей доли аустенита в структуре. Это связано с тем, что пересыщенный углеродом мартенситный α -твердый раствор обладает высокой хрупкостью, в связи с чем обеспечивается наименьший уровень механических свойств. Применение высокотемпературного отпуска в диапазоне температур 450–550 °С (режим 2) приводит к снижению пересыщенности и искаженности α -твердого раствора и сопровождается выделением карбидов цементитного типа и карбидов легирующих элементов. Это способствует повышению пределов прочности и текучести до 2550 и 1530 МПа соответственно, а также незначительному увеличению относительного удлинения до 2,6 %.

Повторный отпуск интенсифицирует конкурентоспособные диффузионные процессы (режим 3): разупрочнение мартенситной структуры и формирование мартенситной и аустенитной структур с выделением карбидов. Из рис. 4, а видно, что процесс разупрочнения мартенситной структуры с выделением карбидов является преобладающим, так как происходит незначительное снижение предела прочности до 2500 МПа, но при этом интенсивное выделение мелкодисперсных карбидов привело к увеличению предела текучести до 1870 МПа. Относительное удлинение в результате обработки увеличилось до 3,5 %. Третий, четвертый и пятый отпуски (режимы 4–6) в схеме обработки приводили к дальнейшему увеличению всех характеристик, что связано с преобладанием ($\gamma \rightarrow \alpha$)-перехода в процессе термической обработки и интенсивному выделению мелкодисперсных карбидов как из мартенсита, так и из аустенита. После закалки и пятикратного отпуска обеспечиваются следующие механические свойства: $\sigma_B = 2620$ МПа, $\sigma_{0,2} = 2160$ МПа, $\delta_5 = 6\%$ и $\psi \approx 8\%$.

Как указано ранее, применение обработки холодом на различных этапах позволяет эффективно реализовывать ($\gamma \rightarrow \alpha$)-превращение и обеспечивать такое же объемное содержание мартенсита, как и после обработки с использованием пятикратного отпуска. Для оценки эффективности обработки, включающей обработку холодом, проведен сравнительный анализ всех режимов (рис. 5).

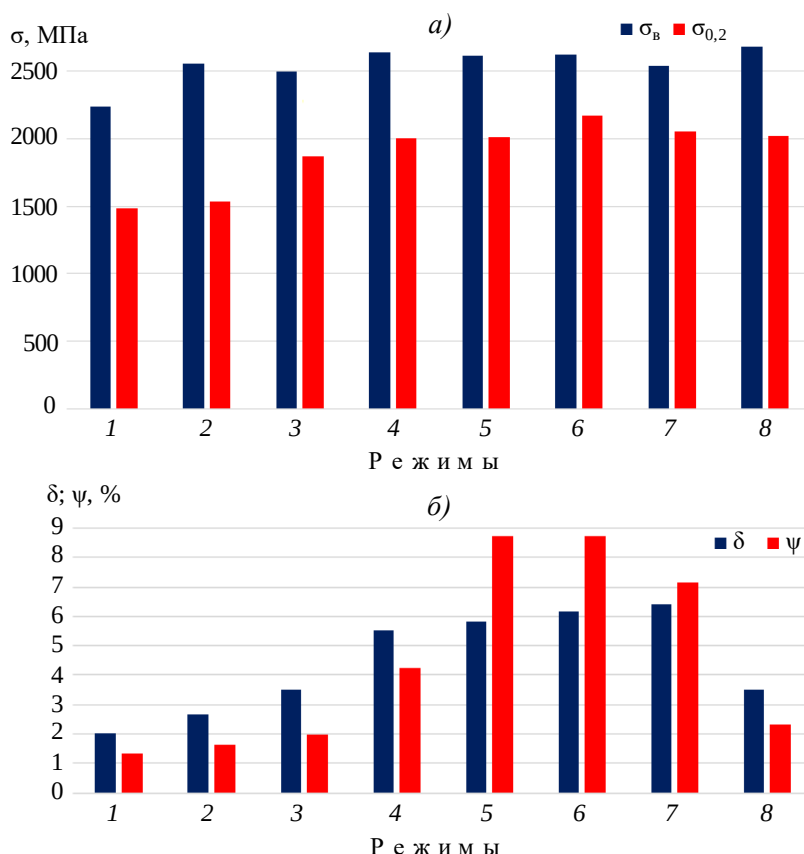


Рис. 5. Зависимости пределов прочности σ_B и текучести $\sigma_{0,2}$ (а), а также показателей относительных удлинения δ и сужения ψ (б) от режимов упрочняющей термической обработки

Из полученных результатов механических свойств видно, что режим 7, включающий после закалки обработку холодом и последующий трехкратный отпуск, обеспечивает уровень свойств, близкий к уровню свойств после классической обработки по режиму 6 (закалка и пятикратный отпуск), но при этом пределы прочности и текучести меньше на 3–5 %, а относительное сужение составляет 7 %, что является достаточно хорошим результатом. Предварительный отпуск с последующими обработкой холодом и отпуском (режим 8) обеспечили предел прочности больше на 2 %, а предел текучести и относительное удлинение меньше на 7 и 43 % соответственно. Вероятнее всего, это связано с более высокой напряженностью структуры, а также возможным выделением карбидов хрома по границам зерен, что в значительной степени снизило пластичность.

Заключения

По результатам исследований можно сделать следующие выводы.

Структура и фазовый состав стали формируются в зависимости от режима термической обработки. После закалки и низкотемпературного отпуска образуется мелко- и среднеигльчатый мартенсит с остаточным аустенитом. При высокотемпературном отпуске происходит уменьшение доли аустенита и увеличение количества мартенсита с выделением мелкодисперсных карбидов.

Исследования фазового состава методом магнитного анализа показали:

- после закалки структура содержит 63 % мартенсита и 37 % аустенита;
- после первого высокотемпературного отпуска соотношение меняется – до 70 % мартенсита и 30 % аустенита;
- пятикратный отпуск позволяет достичь 90 % мартенсита и 10 % аустенита.

В данном исследовании при низкотемпературном отпуске обеспечивается минимальный уровень свойств ($\sigma_b = 2240$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1480$ МПа, $\delta = 2$ %, $\psi = 1,3$ %), а после пятикратного высокотемпературного отпуска – максимальный ($\sigma_b = 2620$ МПа, $\sigma_{0,2} = 2160$ МПа, $\delta = 6$ %, $\psi \approx 8$ %).

Обработка холодом показала свою эффективность в части изменения доли аустенита в структуре:

- при применении после закалки обработки холодом и последующего высокотемпературного трехкратного отпуска (режим 7) достигается 88,5 % мартенсита;
- режим 8 «отпуск–обработка холодом–отпуск» позволяет получить 89,5 % мартенсита.

Применение обработки холодом после закалки с последующим трехкратным высокотемпературным отпуском обеспечивает уровень прочности, близкий к уровню прочности после пятикратного отпуска, что приводит к небольшому снижению пределов прочности и текучести (на 3–5 %) с учетом сохранения относительного удлинения на уровне 6 %. При этом режим обработки «отпуск–обработка холодом–отпуск» приводит к повышению предела прочности на 2 % и значительному снижению предела текучести и относительного удлинения на 7 и 43 % соответственно по сравнению с классической обработкой.

Список источников

1. Спришевский А.И. Подшипники качения. М.: Машиностроение, 1968. 632 с.
2. Морозова Л.В., Григоренко В.Б., Коньшев Д.В., Власов А.И. Исследование причин разрушения сепараторов однорядных радиальных подшипников качения // Труды ВИАМ. 2019. № 10 (82). С. 84–94. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-84-94.
3. Trojahn W., Streit E., Chin H., Ehler D. Progress in bearing performance of advanced nitrogen alloys stainless steel, Cronidur 30 // Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Entwicklung, Fertigung, Prüfung, Eigenschaften und Anwendungen technischer Werkstoffe, 1999. Vol. 30. No. 10. P. 605–611.
4. Бакрадзе М.М., Вознесенская Н.М., Леонов А.В., Крылов С.А., Тонышева О.А. Разработка и исследование высокопрочной коррозионностойкой стали для деталей подшипников // Металлург. 2019. № 11. С. 39–44.
5. Ножницкий Ю.А., Петров Н.И., Лаврентьев Ю.Л. Гибридные подшипники качения для авиационных двигателей (обзор) // Авиационные двигатели. 2019. № 2 (3). С. 63–76.
6. Kim S.S., Kato K., Hokkirigawa K., Abe H. Wear Mechanism of Ceramic Materials in Dry rolling Friction // Transaction of the ASME. 1986. Vol. 108. P. 522–526.
7. 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.
8. Ooi S., Bhadeshia H.K.D.H. Duplex Hardening of steels for Aeroengine Bearings // ISIJ International. 2012. Vol. 52. No. 11. P. 1927–1934.
9. Berns H., Ehrhardt R. Carbon or nitrogen alloyed quenched and tempered stainless steel – comparative study // Steel research 67. 1996. No. 8. P. 343–349.
10. Berns H., Escher C., Streich W.D. Martensitic high nitrogen steel for applications at elevated temperature // Materials science forum. Trans. Tech. Publications Ltd, 1999. Vol. 318. P. 443–448.
11. Громов В.И., Якушева Н.А., Востриков А.В., Черкашнев Н.Н. Высокопрочные конструкционные стали для валов газотурбинных двигателей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 3–12. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.

12. 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: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-18-27.
13. Коробова Е.Н., Севальнев Г.С., Громов В.И., Леонов А.В. Стали для изготовления подшипников качения специального назначения (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2021. № 11 (105). С. 3–11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-11-3-11.
14. Rabitsch R., Koch F., Würzinger P. M50 (AMS 6191) and M50NiL (AMS 6278) High-Performance VIM-VAR Melted Bearing Steels for the Aviation Industry // *Proceedings of the 2005 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting*. 2005. Vol. 5. P. 57–64.
15. Спектор А.Г., Зельбет Б.М., Киселева С.А. Структура и свойства подшипниковых сталей. М.: Металлургия, 1980. 264 с.
16. Stein G., Hucklenbroich I., Wagner M. P 2000-A new austenitic high nitrogen steel for power generating equipment // *Materials science forum*. Trans Tech Publications Ltd, 1999. Vol. 318. P. 167–174.
17. Агеева Е.В., Хардилов С.В., Пикалов С.В., Агеев Е.В. Рентгеноструктурный анализ порошковой шарикоподшипниковой стали, полученной методом электроэрозионного диспергирования // *Известия Юго-Западного государственного университета*. 2015. Т. 1. № 3. С. 35.
18. 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: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.

References

1. Sprishevsky A.I. *Rolling bearings*. Moscow: Mashinostroenie, 1968, 632 p.
2. Morozova L.V., Grigorenko V.B., Konyshev D.V., Vlasov A.I. Reasons for the destruction of separators single-row radial rolling bearing study. *Trudy VIAM*, 2019, no. 10 (82), pp. 84–94. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-84-94.
3. Trojahn W., Streit E., Chin H., Ehlert D. Progress in bearing performance of advanced nitrogen alloys stainless steel, Cronidur 30. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: Entwicklung, Fertigung, Prüfung, Eigenschaften und Anwendungen technischer Werkstoffe*, 1999, vol. 30, no. 10, pp. 605–611.
4. Bakradze M.M., Voznesenskaya N.M., Leonov A.V., Krylov S.A., Tonyшева O.A. Development and research of high-strength corrosion-resistant steel for bearing parts. *Metallurg*, 2019, no. 11, pp. 39–44.
5. Nozhnitsky Yu.A., Petrov N.I., Lavrentyev Yu.L. Hybrid rolling bearings for aircraft engines (review). *Aviatsionnye dvigateli*, 2019, no. 2 (3), pp. 63–76.
6. Kim S.S., Kato K., Hokkirigawa K., Abe H. Wear Mechanism of Ceramic Materials in Dry rolling Friction. *Transaction of the ASME*, 1986, vol. 108, pp. 522–526.
7. 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.
8. Ooi S., Bhadeshia H.K.D.H. Duplex Hardening of steels for Aeroengine Bearings. *ISI International*, 2012, vol. 52, no. 11, pp. 1927–1934.
9. Berns H., Ehrhardt R. Carbon or nitrogen alloyed quenched and tempered stainless steel – comparative study. *Steel research* 67, 1996, no. 8, pp. 343–349.
10. Berns H., Escher C., Streich W.D. Martensitic high nitrogen steel for applications at elevated temperature. *Materials science forum*. Trans. Tech. Publications Ltd, 1999, vol. 318, pp. 443–448.

11. Gromov V.I., Yakusheva N.A., Vostrikov A.V., Cherkashneva N.N. High strength structural steels for gas-turbine engine shafts (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 3–12. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12.
12. 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: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-18-27.
13. Korobova E.N., Sevalnev G.S., Gromov V.I., Leonov A.V. Steels for the manufacture of roller bearings for special purposes (review). *Trudy VIAM*, 2021, no. 11 (105), pp. 3–11. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-11-3-11.
14. Rabitsch R., Koch F., Würzinger P. M50 (AMS 6191) and M50NiL (AMS 6278) High-Performance VIM-VAR Melted Bearing Steels for the Aviation Industry. *Proceedings of the 2005 International Symposium on Liquid Metal Processing and Casting*, 2005, vol. 5, pp. 57–64.
15. Spektor A.G., Zelbet B.M., Kiseleva S.A. *Structure and properties of bearing steels*. Moscow: Metallurgiya, 1980, 264 p.
16. Stein G., Hucklenbroich I., Wagner M. P 2000-A new austenitic high nitrogen steel for power generating equipment. *Materials science forum*. Trans Tech Publications Ltd, 1999, vol. 318, pp. 167–174.
17. Ageeva E.V., Khardikov S.V., Pikalov S.V., Ageev E.V. X-ray structural analysis of powder ball bearing steel obtained by electrical discharge dispersion. *Izvestiya Yugo-Zapadnogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, vol. 1, no. 3, p. 35.
18. 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: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-10-3-11.

Информация об авторах

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

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

Коробова Елена Николаевна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Севальнева Татьяна Геннадьевна, инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

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

Tatiana G. Sevalneva, Engineer, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 22.12.2025.
The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 22.12.2025.

Научная статья

УДК 669.017.165

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-13-24

ИССЛЕДОВАНИЕ ЦЕЛЕСООБРАЗНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА ВКНА-1В МОНО ВЗАМЕН СПЛАВА ВКНА-1ВР ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СОПЛОВЫХ ЛОПАТОК ТУРБИНЫ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ ПЕРСПЕКТИВНОГО ГТД

Э.Г. Римша¹, О.А. Базылева¹, С.А. Луцкая¹, Ю.В. Артеменко¹

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

Аннотация. Представлены сравнительные исследования структуры, фазового состава, механических свойств и длительной прочности литейных конструкционных сплавов на основе соединения Ni_3Al марок ВКНА-1ВР с поликристаллической структурой и ВКНА-1В Моно в двух кристаллографических ориентациях $[111]$ и $[001]$. Показано, что рассчитанные с учетом баланса легирования интерметаллидные сплавы прошли технологическое опробование с положительным результатом при изготовлении отливок сопловых лопаток турбины высокого давления. Сопловые лопатки из сплава ВКНА-1ВР также эксплуатировались на перспективном газотурбинном двигателе с положительным эффектом.

Ключевые слова: интерметаллид, соединение Ni_3Al , баланс легирования, состав сплава, фаза, поликристаллическая структура, монокристаллическая структура, механические свойства, длительная прочность

Для цитирования: Римша Э.Г., Базылева О.А., Луцкая С.А., Артеменко Ю.В. Исследование целесообразности применения интерметаллидного сплава ВКНА-1В Моно взамен ВКНА-1ВР для изготовления сопловых лопаток турбины высокого давления перспективного ГТД // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 13–24. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-13-24.

Scientific article

STUDY OF THE FEASIBILITY OF USING INTERMETALLIC ALLOY VKNA-1V MONO INSTEAD OF ALLOY VKNA-1VR FOR THE MANUFACTURE OF NOZZLE BLADES OF A HIGH-PRESSURE TURBINE OF A PROMISING GAS TURBINE ENGINE

E.G. Rimsha¹, O.A. Bazyleva¹, S.A. Lutsкая¹, J.V. Artemenko¹

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 comparative studies of the structure, phase composition, mechanical properties and long-term strength of casting structural alloys based on the Ni_3Al compound VKNA-1VR with a polycrystalline structure and VKNA-1V Mono in two crystallographic orientations $[111]$ and $[001]$. It is shown that the intermetallic alloys calculated taking into account the balance of alloying have passed technological testing with a positive result in the manufacture of castings of nozzle blades of a high-pressure turbine. VKNA-1VR alloy nozzle blades were also used on a promising gas turbine engine with positive results.

Keywords: intermetallic, compound Ni_3Al , balance of alloying, composition of the alloy, phase, polycrystalline structure, monocrystalline structure, mechanical properties, long-term strength

For citation: Rimsha E.G., Bazyleva O.A., Lutsкая S.A., Artemenko J.V. Study of the feasibility of using intermetallic alloy VKNA-1V Mono instead of VKNA-1VR for the manufacture of nozzle blades of a high-pressure turbine of a promising gas turbine engine. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 13–24. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-13-24.

Введение

Для современных и перспективных газотурбинных двигателей (ГТД) и стационарных газоперекачивающих агрегатов необходимы экономнолегированные конструкционные материалы с низкой плотностью и относительно невысокой стоимостью. Актуальными задачами также являются увеличение температуры газа перед турбиной, снижение массы двигателя и улучшение характеристик надежности. С этой целью необходима разработка высокотемпературных конструкционных материалов, длительно эксплуатируемых при температурах до 1300 °С, обладающих термически стабильной структурой и сравнительно невысокой массой [1–4].

В настоящее время рабочие и сопловые лопатки современных ГТД изготавливают из высокожаропрочных сложнолегированных никелевых сплавов с графитированной кубической (ГЦК) неупорядоченной структурой, упрочненных вторичными выделениями γ' (Ni₃Al)-фазы с упорядоченной ГЦК-структурой.

Уровень жаропрочности как зарубежных (TRW-NASA VIA, CMSX-7, CMSX-8, TMS-238), так и отечественных никелевых суперсплавов типа ЖС/ВЖ (ЖС6У, ЖС32, ВЖ47 (ВЖМ1), ВЖМ4, ВЖМ8 и др.) реализуется посредством значительного количества (до 40–60 % (объемн.)) выделений γ' -фазы Ni₃Al, которые выделяются при распаде пересыщенной γ -фазы (твердого раствора на основе никеля), и их высокой дисперсности. Кристаллическая решетка частиц γ' -фазы идентична ГЦК-решетке частиц γ -фазы, только значение параметра решетки γ' -фазы на 0,3–0,5 % меньше параметра решетки γ -фазы [5, 6].

Температурный диапазон применения жаропрочных никелевых сплавов в качестве деталей (1050–1100 °С) определяется тем, что эти материалы при указанных температурах теряют свои прочностные свойства – в первую очередь вследствие повышения растворимости выделений γ' -фазы Ni₃Al в γ -матрице и уменьшения их объемной доли, а также огрубления частиц γ' -фазы [7, 8].

Для повышения рабочих температур деталей горячего тракта ГТД – в первую очередь статорных деталей, сопловых лопаток, элементов камер сгорания, проставок и др. – наиболее перспективным направлением является разработка литейных высокотемпературных конструкционных сплавов системы Ni–Al и технологий их получения [9–18].

Ранее проведенными исследованиями определено, что оптимальным сочетанием физических, механических свойств и долговечности в интервале температур 900–1250 °С, а также при комнатной температуре, обладают интерметаллидные сплавы на основе соединения Ni₃Al, содержащие в объеме дендритов 5–10 % (по массе) пластичной γ -фазы (твердый раствор на основе никеля), а по границам зерен для их упрочнения – карбидную фазу или пластичные при высоких температурах частицы γ -фазы [19]. При этом уровень жаропрочности литейных конструкционных сплавов при температурах 900–1250 °С изменяется в зависимости от технологии изготовления заготовок и повышается от равноосного к направленному методу, максимальный уровень реализуется в монокристаллических отливках с кристаллографической ориентацией (КГО) [111]. Для конструкционных сплавов на основе интерметаллидного соединения Ni₃Al разработаны технология выплавки в вакуумных индукционных печах, обеспечивающая минимальное содержание примесей и газов, и технология изготовления отливок с поликристаллической, дендритной столбчатой и монокристаллической структурами, что позволило получить комплекс свойств, разработать паспорта и дополнения к паспортам на интерметаллидные сплавы для их технологического и эксплуатационного опробования.

Цель настоящей статьи – представить результаты сравнительных исследований интерметаллидных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В, опробованных в качестве сопловых лопаток турбины и сегментов камеры сгорания перспективных ГТД.

Материалы и методы

Выплавку и отливку заготовок образцов и полуфабрикатов деталей проводили на вакуумных индукционных установках: изготовление отливок из интерметаллидного сплава ВКНА-1ВР с поликристаллической структурой – методом точного литья по выплавляемым моделям, а отливок с дендритной столбчатой (направленной) структурой – методом направленной кристаллизации без затравок и с затравками заданной кристаллографической ориентации для получения монокристаллической структуры [20–29]. При расчете химического состава плавов в пределах паспорта применяли метод, контролирующий концентрацию валентных электронов, участвующих в образовании общего электронного облака при металлической связи, и учитывающий максимальную реализацию межатомных связей в кристаллической решетке для стабильности фазового состава и структуры [30, 31].

Химический состав сплавов по основным легирующим элементам (хром, вольфрам, молибден, титан, гафний, цирконий, алюминий) проверяли атомно-эмиссионным методом на оптико-эмиссионном спектрометре, содержание кислорода и азота – методом плавления в потоке инертного газа, серы и углерода – на контрольно-измерительных приборах методом инфракрасной абсорбции, содержание примесей – методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой [32, 33]. Испытания на растяжение для определения механических свойств, в частности длительной прочности и показателей кратковременной прочности (пределы прочности и текучести, относительное удлинение и сужение), проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 10145–81 «Металлы. Испытания на длительную прочность» и ГОСТ 1497–2023 «Металлы. Метод испытания на растяжение» [34]. Микроструктуру заготовок образцов и образцов после опробования интерметаллидных сплавов системы «никель–алюминий» (Ni_3Al) исследовали методом растровой электронной микроскопии (РЭМ).

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждения

Химический состав исследуемых образцов конструкционных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В представлен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав конструкционных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В

Сплав	Содержание элементов, % (по массе)									
	Ni	Al	Cr	Mo	W	Ti	Hf	Zr	C	La
ВКНА-1ВР*	Основа	8,68	5,60	3,71	3,60	1,48	0,40	–	0,14	–
ВКНА-1В**	Основа	8,80	5,65	4,05	3,52	1,50	–	0,08	–	0,05

* Состав защищен патентом РФ № 2304179.

** Состав защищен патентом РФ № 2775419.

По данным металлографического и фазово-химического анализов, сплав ВКНА-1ВР – трехфазный и содержит, % (объемн.): 85–90 γ' -фазы (легированное соединение Ni_3Al); 5–10 прослоек γ -твердого раствора; 1,0–1,5 карбидов типа MeC и Me_2C (Mo_2C) (рис. 1, *а–в*); сплав ВКНА-1В – двухфазный и содержит, % (объемн.): 85–90 смеси фаз ($\gamma' + \gamma$) в осях дендритов; 5–10 γ -твердого раствора или ($\gamma + \beta$)-эвтектики в междендритных расстояниях.

Монокристаллический интерметаллидный сплав ВКНА-1В в осях дендритов имеет γ' -фазу кубоидной формы (рис. 1, *г–е*), если заготовки образцов отлиты с кристаллографической ориентацией [001], и треугольной (рис. 1, *ж–и*) – при КГО [111].

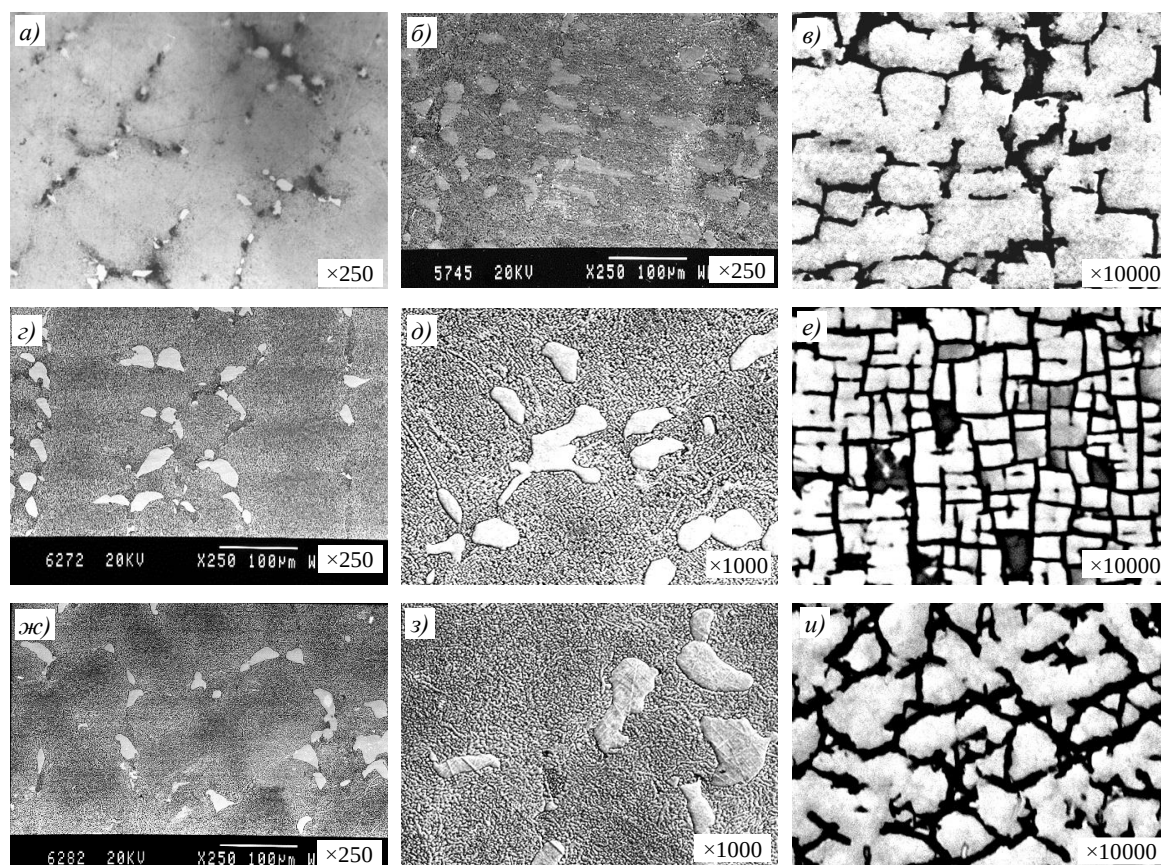


Рис. 1 Микроструктуры литых заготовок интерметаллидных сплавов (поперечное сечение): а–в – заготовки из сплава ВКНА-1ВР с равноосной поликристаллической структурой; г–е – заготовки из сплава ВКНА-1В Моно с КГО [001]; ж–и – заготовки из сплава ВКНА-1В Моно с КГО [111]

Проведены испытания образцов из сплава ВКНА-1ВР с поликристаллической структурой (табл. 2) и сплава ВКНА-1В с дендритной столбчатой структурой на растяжение при комнатной температуре и в интервале температур 900–1250 °С, а также на длительную прочность в интервале температур 900–1250 °С (табл. 3). Выявлено, что предел прочности при комнатной температуре на образцах с дендритной столбчатой (направленной) структурой превышает на 25 % аналогичную характеристику для образцов с поликристаллической структурой, а в диапазоне температур 900–1250 °С превосходство составляет от 6 до 55 %. Пределы жаропрочности на базе 100 ч (σ_{100}) в интервале температур от 900 до 1200 °С больше для сплава ВКНА-1В, полученного методом направленной кристаллизации, от 11 (900 °С) до 125 % (1200 °С) по сравнению со значениями для сплава ВКНА-1ВР с равноосной структурой (табл. 2 и 3). Проведя сравнение упругих механических характеристик и длительной прочности интерметаллидного сплава ВКНА-1В с дендритной столбчатой и монокристаллической КГО [001] структурами, установили, что модули упругости имеют одинаковое значение ($E = 150$ ГПа) и оно меньше, чем на образцах с поликристаллической ($E = 198$ ГПа) (табл. 2–4) и монокристаллической КГО [111] структурами ($E = 220$ ГПа) (табл. 5). Значения кратковременной прочности при комнатной температуре на 34 % меньше для образцов с монокристаллической КГО [001] структурой, при 900 °С – меньше на 48,8 % для образцов с дендритной столбчатой структурой, при 1000 и 1100 °С – меньше только на 8 и 7,5 % соответственно. Пределы длительной прочности у монокристаллических образцов с КГО [001] на базе 100 ч (σ_{100}) при температуре 900 °С больше на 30,6 %, при температуре 1000 °С – всего на 7,4 %, при

1100 °С – на 38,4 %. Если сопоставлять показатели по пределам прочности и пределам длительной прочности монокристаллических образцов с КГО [001] и [111] (табл. 4 и 5), то картина складывается неоднозначная: модуль упругости в интервале температур 20–1000 °С максимальный для КГО [111] и превышает аналогичную характеристику для сплава с КГО [001] соответственно от 46,7 % при 20 °С до 53,8 % при 900 °С и до 29,2 % при 1000 °С. Максимальный предел прочности при комнатной температуре для образцов с КГО [111] также превышает таковой для образцов с КГО [001] в ~2,5 раза (в 2,45 раза). Предел прочности при 800 °С сохраняется выше для образцов с КГО [111] – на 5,5 %, а уже при температурах 900, 1000 и 1100 °С предел прочности для образцов с КГО [001] больше соответственно на 24,8; 8 и 7,5 %, а при 1150 °С пределы имеют одинаковые значения. По длительной прочности у монокристаллических образцов с КГО [111] на базах 100 (σ_{100}) и 500 ч (σ_{500}) в диапазоне температур 800–1200 °С характеристики стабильно больше, чем для образцов с КГО [001].

Таблица 2

**Средние значения механических характеристик и длительной прочности
интерметаллидного сплава ВКНА-1ВР**

Характеристика	Значения характеристики при температуре испытания, °С						
	20	900	1000	1100	1150	1200	1250
Модуль упругости E , ГПа	198	133	125	127	93	94	65
Предел прочности σ_B , МПа	580	590	465	345	265	180	100
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	360	520	400	315	255	175	98
Относительное удлинение δ , %	5,0	6,1	4,7	4,2	3,9	2,3	3,7
Длительная прочность σ_{10} на базе 10 ч, МПа	–	360	145	65	45	35	20
Длительная прочность σ_{100} на базе 100 ч, МПа	–	220	40	40	30	20	–
Длительная прочность σ_{500} на базе 500 ч, МПа	–	145	25	25	20	–	–

Таблица 3

**Средние значения механических характеристик и длительной прочности
интерметаллидного сплава ВКНА-1В с дендритной столбчатой структурой**

Характеристика	Значения характеристики при температуре испытания, °С					
	20	900	1000	1100	1200	1250
Модуль упругости E , ГПа	150	135	120	–	–	–
Предел прочности σ_B , МПа	725	625	500	400	215	155
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	370	550	420	345	190	–
Относительное удлинение δ , %	59	32	31	35	28	29
Длительная прочность σ_{10} на базе 10 ч, МПа	–	390	255	115	70	22
Длительная прочность σ_{100} на базе 100 ч, МПа	–	245	135	65	45	15
Длительная прочность σ_{500} на базе 500 ч, МПа	–	185	90	45	30	–

Таблица 4

**Средние значения механических характеристик и длительной прочности
интерметаллидного сплава ВКНА-1В [001]**

Характеристика	Значения характеристики при температуре испытания, °С					
	20	800	900	1000	1100	1150
Модуль упругости E , ГПа	150	–	130	120	–	–
Предел прочности σ_B , МПа	540	825	930	540	430	380
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	325	745	910	530	420	360
Относительное удлинение δ , %	30	14	43	44	31	35
Длительная прочность σ_{10} на базе 10 ч, МПа	–	560	–	265	135	108
Длительная прочность σ_{100} на базе 100 ч, МПа	–	470	320	145	90	55
Длительная прочность σ_{500} на базе 500 ч, МПа	–	410	–	90	60	34

**Средние значения механических характеристик и длительной прочности
интерметаллидного сплава ВКНА-1В[111]**

Характеристика	Значения характеристики при температуре испытания, °С						
	20	800	900	1000	1100	1150	1200
Модуль упругости E , ГПа	220	215	200	155	—	—	—
Предел прочности σ_B , МПа	1325	870	745	510	400	380	225
Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа	610	655	560	420	335	340	215
Относительное удлинение δ , %	14	26	25	30	22	—	24
Длительная прочность σ_{10} на базе 10 ч, МПа	—	615	460	285	135	135	90
Длительная прочность σ_{100} на базе 100 ч, МПа	—	520	355	195	100	90	50
Длительная прочность σ_{500} на базе 500 ч, МПа	—	460	285	150	75	60	30

При технологическом опробовании интерметаллидных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В в двух кристаллографических ориентациях [001] и [111] получены партии отливок сопловых лопаток турбины высокого давления (ТВД), микроструктура которых представлена на рис. 2. Изготовление монокристаллических отливок сопловых лопаток проводили методом направленной кристаллизации в вакуумной установке, внутри которой размещены плавильный индукционный тигель, печь подогрева форм, ванна с жидкометаллическим охладителем (алюминий или олово), многослойные экраны, отделяющие зону нагрева от зоны охлаждения. Расплавленный в плавильном индукционном тигле металл заливали при температуре $(T_L + (180 \div 200))$ °С в керамические формы с размещенными в них затравками заданной кристаллографической ориентации. Температура в печи подогрева форм по стационарным термодарам на верхнем и нижнем нагревателях составляла $(T_L + (150 \div 170))$ °С, температура в ванне с жидкометаллическим охладителем — $(T_L - (1060 \div 1080))$ °С. При получении отливок сопловых лопаток турбины с поликристаллической структурой методом точного литья по выплавляемым моделям расплавленный в индукционном тигле металл заливают в интервале температур $(T_L + (120 \div 140))$ °С в керамические формы, нагретые до температуры 900–950 °С.

Методом растровой электронной микроскопии изучена микроструктура отливок сопловых лопаток из интерметаллидных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В. Результаты анализа микроструктуры дали основание полагать, что исследованная структура отливок соответствует структуре заготовок образцов упомянутых сплавов. Так, отливки имеют традиционное дендритно-ячеистое строение: оси дендритов представляют собой легированную γ' -фазу в оболочке γ -твердого раствора на основе никеля, междендритные области состоят из глобулей γ' -фазы эвтектического происхождения и других фаз. Например, для сплава ВКНА-1ВР — это карбидные фазы MeC и Me₂C (Mo₂C). Технологическое опробование интерметаллидных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В при отливке заготовок сопловых лопаток ТВД в керамические оболочковые формы методами точного литья для получения равноосной и монокристаллической структур лопаток прошло с положительным эффектом с выходом годного ~75 % во всех трех случаях. Отметим, что литье монокристаллических заготовок сопловых лопаток осуществляли методом направленной кристаллизации с применением монокристаллических заготовок с КГО [001] и [111].

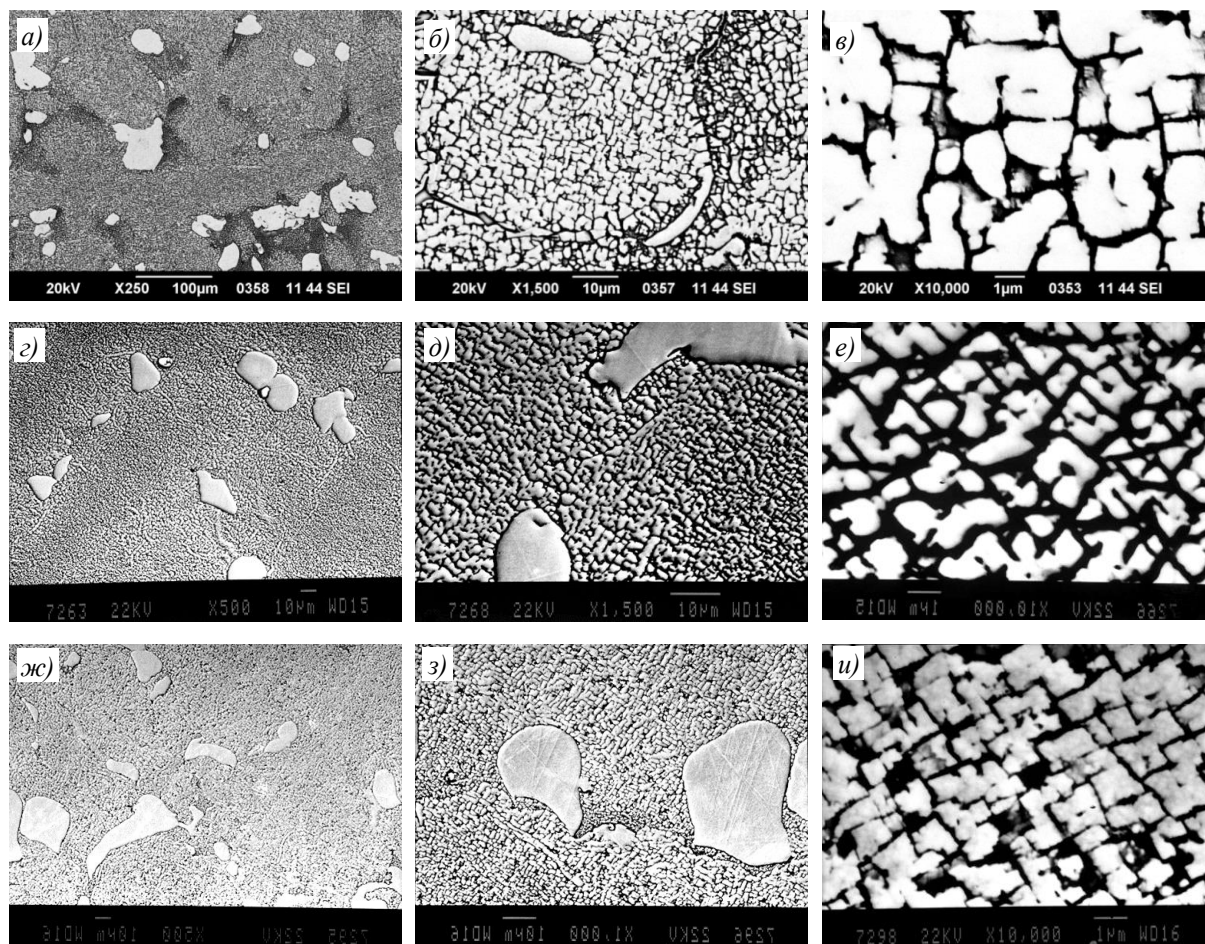


Рис. 2. Микроструктуры отливок сопловых лопаток из интерметаллидных сплавов ВКНА-1ВР и ВКНА-1В: а–в – перо лопатки (поперечный шлиф) из сплава ВКНА-1ВР; г–е – перо лопатки (поперечный шлиф) из сплава ВКНА-1В с КГО [111]; ж–и – перо лопатки (поперечный шлиф) из сплава ВКНА-1В с КГО [001]: а, г, ж – общий вид; б, д, з – вид эвтектической фазы; в, е, и – оси дендритов первого порядка, размер и форма γ' -фазы

Интерметаллидный сплав ВКНА-1ВР прошел также эксплуатационное опробование в качестве сопловых лопаток турбины высокого давления второй ступени с положительным эффектом в течение >350 ч. Микроструктурный анализ методом РЭМ установил, что структура сопловых лопаток после наработки сохраняет дендритно-ячеистое строение, в осях дендритов первого порядка на входной и выходной кромках, на спинке и корыте лопатки отмечено укрупнение и слияние частиц γ' -фазы в осях дендритов первого порядка (рис. 3, а, б) и междендритных областях. В междендритном пространстве, наряду с γ' -фазой эвтектического происхождения, в зонах с частично сохранившимися прослойками γ -твердого раствора наблюдаются также выделения дисперсных частиц вторичной γ' -фазы (рис. 3, в). Сравнительное исследование микроструктуры сечения лопатки после наработки с микроструктурой образцов из сплава ВКНА-1ВР, подвергнутых испытаниям на длительную прочность, показали идентичность структур. При этом объемное содержание прослоек γ -твердого раствора в микроструктуре образцов после испытаний при температуре 1250°C больше, чем после наработки, что позволяет косвенно оценить температурный диапазон испытаний сопловых лопаток – длительно при температуре 1250°C или $>1250^\circ\text{C}$ кратковременно (рис. 3, б, д).

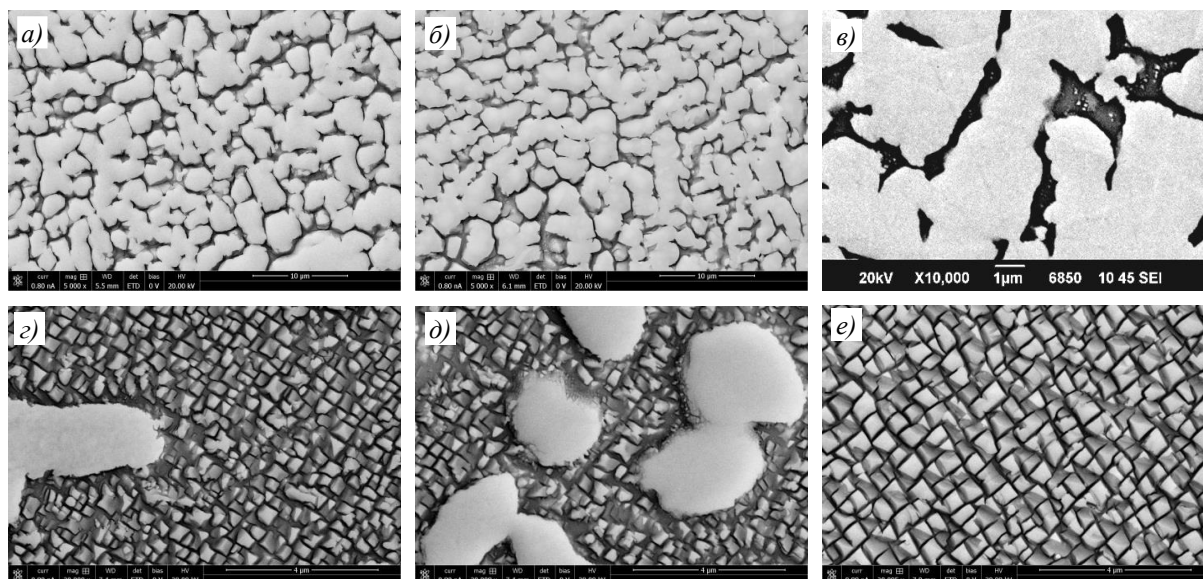


Рис. 3. Микроструктуры сопловой лопатки из интерметаллидного сплава ВКНА-1ВР после наработки (*а–в*) и образцов из сплава ВКНА-1ВР, прошедших испытания на длительную прочность: *а* – входная кромка лопатки; *б* – выходная кромка лопатки; *в* – спинка лопатки; длительные испытания при температурах 1150 (*з*), 1250 (*д*) и 1300 °С (*е*)

Выводы

В качестве альтернативы разработчики высокотемпературных интерметаллидных сплавов на основе соединения Ni_3Al предлагают провести эксплуатационное опробование отливок сопловых лопаток турбины высокого давления второй ступени с монокристаллической структурой с КГО [001], поскольку модуль упругости в этом направлении меньше, чем с КГО [111] и термоусталостные напряжения будут накапливаться в меньшей степени, а уровень жаропрочности также имеет высокие значения.

Список источников

1. Портной К.И., Бунтушкин В.П., Богданов В.И. и др. Влияние легирования на термодинамическую стабильность фаз в системе $\text{Ni}-\text{Al}$ // Доклады АН СССР. 1980. Т. 252. № 1. С. 209–214.
2. Кишкин С.Т., Портной К.И., Бунтушкин В.П. и др. Теоретические исследования жаропрочных никелевых и интерметаллидных материалов // Авиационные материалы. М.: ОНТИ ВИАМ, 1982. С. 27–34.
3. Гринберг Б.А., Иванов М.А. Интерметаллиды Ni_3Al и TiAl : микроструктура, деформационное поведение. Екатеринбург: Изд-во Ин-та физики металлов УрО РАН, 2002. 359 с.
4. Поварова К.Б., Дроздов А.А., Бунтушкин В.П. Особолегкие жаропрочные наноструктурированные сплавы на основе Ni_3Al для авиационного двигателестроения и энергетического машиностроения // Вопросы материаловедения. 2008. № 2 (54). С. 85–93.
5. Wahl J.B., Harris K. New Single crystal superalloys, CMSX-7 and CMSX-8 // Superalloys 2012. Cham: Springer Nature, 2012. P. 179–188.
6. Петрушин Н.В., Епишин А.И., Светлов И.Л., Нольце Г., Елютин Е.С., Соловьев А.Е. Влияние знака γ/γ' -мисфита на структуру и длительную прочность монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов // Материаловедение. 2022. № 2. С. 21–31.
7. Чабина Е.Б., Петрушин Н.В., Филонова Е.В., Елютин Е.С., Раевских А.Н. Эволюция структуры и фазового состава материала рабочих лопаток из сплава ЖС32 в результате воздействия эксплуатационных факторов // Новые материалы и технологии переработки сырья – основа инновационного развития России: Материалы III Междунар. науч.-техн. конф. М., 2022. С. 85–97.

8. Битюцкая О.Н., Петрушин Н.В., Рассохина Л.И., Авдеев В.В. Литые турбинных лопаток из жаропрочного никелевого сплава нового поколения ВЖЛ21 с поликристаллической структурой // Климовские чтения–2024: Перспективные направления развития авиадвигателестроения: сб. ст. науч.-техн. конф. СПб, 2024. С. 373–381.
9. Каблов Е.Н., Ломберг Б.С., Бунтушкин В.П. Сплав на основе интерметаллида Ni_3Al перспективный материал для лопаток турбин // Металловедение и термическая обработка металлов. 2002. № 7. С. 15–20.
10. Поварова К.Б. Физико-химические принципы создания термически стабильных сплавов на основе переходных металлов // Материаловедение. 2007. № 12. С. 20–27.
11. Бунтушкин В.П., Базылева О.А., Буркина В.И. Высокотемпературные жаропрочные сплавы на основе интерметаллида Ni_3Al для деталей горячего тракта ГТД // Авиационная промышленность. 2007. № 2. С. 41–43.
12. Каблов Е.Н., Бунтушкин В.П., Базылева О.А. Конструкционные жаропрочные материалы на основе соединения Ni_3Al для деталей горячего тракта ГТД // Технология легких сплавов. 2007. № 2. С. 75–80.
13. Wufeng D., Tietao Zh., Heli L. et al. Effects of hafnium and yttrium on the oxidation resistance of Ni_3Al /CrMoB alloy // Rare Metal Materials and Engineering. 2008. No. 37. P. 1549.
14. Степанова Н.Н., Ринкевич А.Б., Митрохин Ю.С. Физические свойства Ni_3Al , легированного третьим элементом, эксперимент и моделирование. Екатеринбург: Изд-во Ин-та физики металлов УрО РАН, 2010. 175 с.
15. Jozwik P., Polkowski W., Bojar Z. Applications of Ni_3Al Based Intermetallic Alloys—Current Stage and Potential Perceptivities // Materials. 2015. No. 8. P. 2537–2568.
16. Базылева О.А., Оспенникова О.Г., Аргинбаева Э.Г., Летникова Е.Ю., Шестаков А.В. Тенденции развития интерметаллидных сплавов на основе никеля // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 104–115. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-104–115.
17. Bazyleva O.A., Arginbaeva E.G., Echin A.B., Shestakov A.V. Influence mickoalloying with rare earch metals and production technology of structural intermetallidy alloy based on nickel aluminide on alloy properties // Inorganic Materials: Applied Research. 2017. Vol. 8. No. 1. P. 14–20.
18. Дроздов А.А., Поварова К.Б., Базылева О.А. и др. Интерметаллидные сплавы на основе γ' Ni_3Al . Часть I. Особенности строения, формирования ($\gamma'+\gamma$) структур и легирования // Перспективные материалы. 2023. № 9. С. 5–25.
19. Структура и свойства интерметаллидных материалов с нанофазным упрочнением / под ред. Е.Н. Каблова и Ю.Р. Колобова. М.: Изд. дом МИСиС, 2008. 327 с.
20. Сидоров В.В., Ригин В.Е., Горюнов А.В., Каблов Д.Е. Высокоэффективные технологии и современное оборудование для производства шихтовых заготовок из литейных жаропрочных сплавов // Металлург. 2012. № 5. С. 26–30.
21. Сидоров В.В., Каблов Е.Н., Ригин В.Е. Металлургия литейных жаропрочных сплавов: технологии и оборудование / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2016. С. 280–285.
22. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Суrowa В.А., Нарский А.Р. О направленной кристаллизации жаропрочных сплавов с использованием охладителя // Литейное производство. 2011. № 5. С. 36–39.
23. Висик Е.М., Рассохина Л.И., Ечин А.Б., Гамазина М.В. О некоторых аспектах повышения качества литых турбинных лопаток ГТД из жаропрочных никелевых сплавов // Вопросы материаловедения. 2021. № 4 (108). С. 82–98.
24. Кузьмина Н.А., Лифшиц В.А., Потрахов Е.Н., Потрахов Н.Н. Специфика применения рентгеновских методов «качания» и Лауэ при оценке качества структуры отливок никелевых жаропрочных сплавов // Труды ВИАМ. 2021. № 8 (102). С. 75–83. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-75-83.
25. Яковлев Е.И. Получение отливок из жаропрочных никелевых сплавов с мелкозернистой равноосной структурой и пониженной пористостью // Литейное производство. 2022. № 6. С. 3–6.
26. Нарский А.Р., Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г. Получение мелкозернистой структуры из жаропрочных никелевых сплавов при использовании модификатора – алюмината кобальта // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 3 (72). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.

27. Бондаренко Ю.А., Ечин А.Б., Сурова В.А., Нарский А.Р. Развитие технологий и оборудования для получения лопаток горячего тракта газотурбинных двигателей из жаропрочных сплавов с направленной и монокристаллической структурой // Труды ВИАМ. 2023. № 7 (125). С. 3–14. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-3-14.
28. Колядов Е.В., Висик Е.М., Герасимов В.В., Битюцкая О.Н. Особенности морфологии структуры жаропрочного никелевого сплава в зависимости от величин осевого и радиального градиентов температуры на фронте кристаллизации // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 2 (75). С. 15–24. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-15-24.
29. Мин П.Г., Вадеев В.Е., Мин М.Г. Разработка и освоение в производстве нового монокристаллического высокожаропрочного никелевого сплава для литья турбинных лопаток перспективного двигателя ПД-8 // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 1 (78). С. 3–17. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-3-17.
30. Морозова Г.И. Роль электронного и размерного факторов в самоорганизации γ' -фазы и ее стабильности // Доклады Академии наук СССР. 1986. Т. 288. № 6. С. 1415–1418.
31. Морозова Г.И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. 2012. № 12. С. 52–58.
32. Алексеев А.В., Якимович П.В. Применение метода масс-спектрометрии высокого разрешения с тлеющим разрядом в анализе никелевых сплавов // Труды ВИАМ. 2020. № 8 (90). С. 101–108. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-101-108.
33. Сидоров В.В., Каблов Д.Е., Чабина Е.Б. и др. Влияние примесей и микролегирования на структуру и эксплуатационные свойства монокристаллов жаропрочных никелевых сплавов: учебное пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2020. С. 98–105.
34. Ходинев И.А., Монин С.А., Горбовец М.А. Исследование характеристик малоциклового усталости жаропрочного никелевого сплава ВКНА-1ВР // Физико-механические испытания, прочность и надежность конструкционных и функциональных материалов: материалы XIV Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат». М., 2022. С. 41–64.

References

1. Portnoy K.I., Buntushkin V.P., Bogdanov V.I. et al. Influence of Alloying on the Thermodynamic Stability of Phases in the Ni–Al System. *Doklady Akademii nauk SSSR*, 1980, vol. 252, no. 1, pp. 209–214.
2. Kishkin S.T., Portnoy K.I., Buntushkin V.P. et al. Theoretical Research of High-Temperature Nickel and Intermetallic Materials. *Aviation Materials*. Moscow: ONTI VIAM, 1982, pp. 27–34.
3. Grinberg B.A., Ivanov M.A. *Ni₃Al and TiAl intermetallides: microstructure, deformation behavior*. Ekaterinburg: Publ. House of Institute of Metal Physics UB of RAS, 2002, 359 p.
4. Povarova K.B., Drozdov A.A., Buntushkin V.P. Special-Light High-Temperature Nanostructured Ni₃Al-Based Alloys for Aviation Engine and Power Engineering. *Voprosy materialovedeniya*, 2008, no. 2 (54), pp. 85–93.
5. Wahl J.B., Harris K. New Single crystal superalloys, CMSX-7 and CMSX-8. *Superalloys 2012*. Cham: Springer Nature, 2012, pp. 179–188.
6. Petrushin N.V., Epishin A.I., Svetlov I.L., Nolze G., Elutin E.S., Solovyov A.E. Influence of sign γ/γ' -misfit on the structure and long-term strength of single crystals of nickel heat-resistant alloys. *Materialovedenie*, 2022, no. 2, pp. 21–31.
7. Chabina E.B., Petrushin N.V., Filonova E.V., Yelutin E.S., Raevsky A.N. Evolution of the structure and phase composition of the material of working blades made of ZhS32 alloy as a result of operational factors. *New materials and technologies for processing raw materials – the basis of innovative development of Russia: Materials of the III Int. Sc. and Tech. Conf. Moscow*, 2022, pp. 85–97.

8. Bityutskaya O.N., Petrushin N.V., Rassokhina L.I., Avdeev V.V. Casting of turbine blades from a new generation of heat-resistant nickel alloy VZhL21 with a polycrystalline structure. *Klimov readings-2024: Promising directions for the development of aircraft engine building*: coll. of articles of a sc. and tech. conf. St. Petersburg, 2024, pp. 373–381.
9. Kablov E.N., Lomberg B.S., Buntushkin V.P. Intermetallic alloy Ni₃Al a promising material for turbine blades. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2002, no. 7, pp. 15–20.
10. Povarova K.B. Physical and Chemical Principles of Creating Thermally Stable Alloys Based on Transition Metals. *Materialovedenie*, 2007, no. 12, pp. 20–27.
11. Buntushkin V.P., Bazyleva O.A., Burkina V.I. High-temperature heat-resistant alloys based on intermetallic Ni₃Al for parts of the hot path of the gas turbine engine. *Avaitzionnaya promyshlennost*, 2007, no. 2, pp. 41–43.
12. Kablov E.N., Buntushkin V.P., Bazyleva O.A. Structural heat-resistant materials based on the Ni₃Al compound for hot-path parts of gas-turbine engines. *Tekhnologiya legkih splavov*, 2007, no. 2, pp. 75–80.
13. Wufeng D., Tietao Zh., Heli L. et al. Effects of hafnium and yttrium on the oxidation resistance of Ni₃Al/ CrMoB alloy. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2008, no. 37, p. 1549.
14. Stepanova N.N., Rinkievich A.B., Mitrokhin Yu.S. *Physical Properties of Ni₃Al Alloyed with a Third Element: Experiment and Modeling*. Ekaterinburg: Publ. House of Institute of Metal Physics UB of RAS, 2010, 175 p.
15. Jozwik P., Polkowski W., Bojar Z. Applications of Ni₃Al Based Intermetallic Alloys—Current Stage and Potential Perceptivities. *Materials*, 2015, no. 8, pp. 2537–2568.
16. Bazyleva O.A., Ospennikova O.G., Arginbaeva E.G., Letnikova E.Yu., Shestakov A.V. Development trends of nickel-based intermetallic alloys. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2017, no. S, pp. 104–115. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-104-115.
17. Bazyleva O.A., Arginbaeva E.G., Echin A.B., Shestakov A.V. Influence mickoalloying with rare earch metals and production technology of structural intermetallidy alloy based on nickel aluminide on alloy properties. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2017, vol. 8, no. 1, pp. 14–20.
18. Drozdov A.A., Povarova K.B., Bazyleva O.A. et al. Intermetallic alloys based on γ' Ni₃Al. Part I. Peculiarities of structure, formation ($\gamma'+\gamma$) of structures and alloying. *Perspektivnye materialy*, 2023, no. 9, pp. 5–25.
19. *Structure and Properties of Intermetallic Materials with Nanophase Hardening*. Eds. E.N. Kablov, Yu.R. Kolobov. Moscow: MISIS Publ. House, 2008, 327 p.
20. Sidorov V.V., Rigin V.E., Goryunov A.V., Kablov D.E. High-Efficiency technologies and modern equipment for the production of foundry blanks from heat-resistant alloys. *Metallurg*, 2012, no. 5, pp. 26–30.
21. Sidorov V.V., Kablov E.N., Rigin V.E. *Metallurgy of foundry heat-resistant alloys: technologies and equipment*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2016, pp. 280–285.
22. Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Surova V.A., Narsky A.R. On the Directed Crystallization of Heat-Resistant Alloys Using a Cooler. *Liteynoe proizvodstvo*, 2011, no. 5, pp. 36–39.
23. Visik E.M., Rassokhina L.I., Echin A.B., Gamazina M.V. On Some Aspects of Improving the Quality of Cast Turbine Blades of Gas-Turbine Engines Made of Heat-Resistant Nickel Alloys. *Voprosy materialovedeniya*, 2021, no. 4 (108), pp. 82–98.
24. Kuzmina N.A., Lifshitz V.A., Potrakhov E.N., Potrakhov N.N. Specificity of application of x-ray methods of «swing» and Laue in determining the quality of the structure of castings of nickel heat-resistant alloys. *Trudy VIAM*, 2021, no. 8 (102), pp. 75–83. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-8-75-83.
25. Yakovlev E.I. Production of castings from heat-resistant nickel alloys with fine-grained equiaxial structure and reduced porosity. *Liteynoe proizvodstvo*, 2022, no. 6, pp. 3–6.
26. Narsky A.R., Deynaga G.I., Kuzmina I.G. Obtaining a fine-grained structure of castings from nickel superalloys using a cobalt aluminate modifier. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.

27. Bondarenko Yu.A., Echin A.B., Surova V.A., Narsky A.R. Development of technologies and equipment for producing blades of the hot path of gas turbine engines from superalloys with directional and single-crystal structure. *Trudy VIAM*, 2023, no. 7 (125), pp. 3–14. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-07-3-14.
28. Kolyadov E.V., Visik E.M., Gerasimov V.V., Bityutskaya O.N. Features of the morphology of the structure of nickel superalloy depending on the values of the axial and radial temperature gradients at the crystallization front. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 2 (75), pp. 15–24. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-15-24.
29. Min P.G., Vadeev V.E., Min M.G. Development and implementation in production of the new single-crystal high-temperature nickel alloy for casting of gas turbine blades for the prospective engine PD-8. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 3–17. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-3-17.
30. Morozova G.I. The Role of Electronic and Dimensional Factors in the Self-Organization of the γ' -Phase and Its Stability. *Doklady Akademii nauk SSSR*, 1986, vol. 288, no. 6, pp. 1415–1418.
31. Morozova G.I. Compensation of Alloying Imbalance in Heat-Resistant Nickel Alloys. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2012, no. 12, pp. 52–58.
32. Alekseev A.V., Yakimovich P.V. Application of the glow discharge high resolution mass spectrometry method in analysis of nickel alloys. *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), pp. 101–108. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-101-108.
33. Sidorov V.V., Kablov D.E., Chabina E.B. et al. *Influence of Impurities and Microalloying on the Structure and Performance Properties of Single Crystals of High-Temperature Nickel Alloys*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2020, pp. 98–105.
34. Khodinev I.A., Monin S.A., Gorbovets M.A. Research of the Characteristics of Low-Cycle Fatigue of the Heat-Resistant Nickel Alloy VKNA-1VR. *Physical and Mechanical Tests, Strength, and Reliability of Structural and Functional Materials: Materials of the XIV All-Rus. Conf. on Testing and Research of Material Properties «TestMat»*. Moscow, 2022, pp. 41–64.

Информация об авторах

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

Базылева Ольга Анатольевна, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Луцкая София Алексеевна, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Артеменко Юлия Вячеславовна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Olga A. Bazyleva, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

Статья поступила в редакцию 18.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 24.12.2025.
The article was submitted 18.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 24.12.2025.

Научная статья

УДК 669.721.5

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-25-41

СИСТЕМА «МАГНИЙ–ГАДОЛИНИЙ» – НОВЫЙ ШАГ В РАЗВИТИИ ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАГНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Е.Ф. Волкова¹, М.В. Акинина¹, И.В. Мостяев¹, В.А. Дуюнова¹, А.А. Алиханян¹

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

Аннотация. Приведен анализ научно-технических публикаций в области разработки новых магниевых сплавов. Установлено, что наиболее активные исследования проводятся в отношении сплавов, содержащих гадолиний в качестве основного легирующего компонента. Показано, что сплавы систем Mg–Gd–Y–Zn–Zr, Mg–Gd–Y–Zn (содержащие длиннопериодные фазы), а также систем Mg–Gd–Y–Zr и Mg–Gd–Zr–Ag перспективны в случае применения к ним нестандартных технологий и схем обработки: комплексной технологической цепочки, включающей различные виды деформации и термической обработки; технологий ротационнойковки, электродуговой наплавки проволоки и др.

Ключевые слова: длиннопериодные фазы, гадолиний, двойная экструзия, метод ротационнойковки, электродуговая наплавка проволоки, эволюция микроструктуры, интерметаллидные фазы

Для цитирования: Волкова Е.Ф., Акинина М.В., Мостяев И.В., Дуюнова В.А., Алиханян А.А. Система «магний–гадолиний» – новый шаг в развитии перспективных магниевых сплавов // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 25–41. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-25-41.

Scientific article

THE MAGNESIUM–GADOLINIUM SYSTEM IS A NEW STEP IN THE DEVELOPMENT OF PROMISING MAGNESIUM ALLOYS

E.F. Volkova¹, M.V. Akinina¹, I.V. Mostyaev¹, V.A. Duyunova¹, A.A. Alikhanyan¹

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 provides an analysis of scientific and technical publications on the development of new magnesium alloys. It has been established that the most intensive research is conducted on alloys containing gadolinium as the main alloying component. It has been shown that alloys of the Mg–Gd–Y–Zn–Zr, Mg–Gd–Y–Zn (containing long-period stacking ordered phase) systems, as well as the systems: Mg–Gd–Y–Zr, Mg–Gd–Zr–Ag are very promising in the case of applying non-standard technologies and processing schemes to them: a complex technological chain, including various types of deformation and heat treatment; technology of rotary pressing; modern technology of wire-arc directed energy deposition, etc.

Keywords: long-period stacking ordered phase, gadolinium, double extrusion, the method of rotary swaging, wire-arc directed energy deposition, evolution of the microstructure, intermetallic phase

For citation: Volkova E.F., Akinina M.V., Mostyaev I.V., Duyunova V.A., Alikhanyan A.A. The magnesium–gadolinium system is a new step in the development of promising magnesium alloys. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 25–41. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-25-41.

Введение

Деформируемые магниевые сплавы давно и успешно применяются в первую очередь в авиастроении и космической промышленности, где востребованы материалы с небольшой плотностью и хорошим уровнем прочностных и демпфирующих свойств. Эти сплавы используются для изготовления деталей конструкции планера, фюзеляжа, сидений, панелей, отсеков, структурных деталей (кронштейнов, креплений и рам летательных аппаратов), а также изделий для высокоскоростного железнодорожного транспорта, которые могут испытывать высокое механическое напряжение [1–5].

Однако исследователи отмечают, что наряду с известными преимуществами сплавы на основе магния отличаются недостаточно высоким уровнем прочностных и пластических характеристик. Эти недостатки ограничивают их более широкое применение в ряде ответственных отраслей промышленности.

В начале XXI в. все большее распространение приобретают новые магниевые сплавы, легированные редкоземельными металлами (РЗМ). Эти элементы позволяют существенно улучшить определенные механические и технологические характеристики магниевых сплавов и, соответственно, значительно повысить их конкурентоспособность [6–11].

В фокусе исследования в последние годы находятся магниевые сплавы, включающие так называемые длиннопериодные (Long-Period Stacking Ordered (LPSO)) фазы. Они формируются в сплавах, содержащих в качестве легирующих компонентов некоторые РЗМ иттриевой подгруппы и цинк в определенных соотношениях.

Результаты анализа публикаций и обсуждение

Магниевые сплавы LPSO-класса выявлены японскими учеными [12–18]. Наличие самоорганизующихся LPSO-фаз и их положительное влияние на механические, коррозионные свойства и свариваемость сплавов на основе магния также изучены и подтверждены в работах отечественных исследователей [19, 20].

Совершенствование конструкционных материалов может происходить по следующим основным направлениям: оптимизация состава сплавов, разработка новых эффективных технологий изготовления деформированных полуфабрикатов из этих сплавов, комбинированное применение современных технологий и новых составов [20].

Интенсивные исследования магниевых сплавов, содержащих РЗМ, проводятся в настоящее время специалистами многих стран: КНР, Японии, США, Южной Кореи, Арабской Республики Египет и др.

Большой интерес вызывает гадолиний – элемент иттриевой подгруппы РЗМ, который является одним из наиболее значимых по своему влиянию на свойства магниевых сплавов. В последние годы гадолиний стал более широко использоваться для легирования магниевых сплавов, поскольку разработаны и применяются доступные технологии раздельного извлечения РЗМ из полиметаллических руд, облегчающие и удешевляющие использование отдельных металлов из этой группы. Изучается также необходимость введения дополнительных легирующих элементов в состав этих сплавов, что требуется для формирования LPSO-фаз [21–23].

Активно ищутся возможные пути улучшения механических характеристик магниевых сплавов с гадолинием.

Проведены глубокие изыскания (в основном китайскими исследователями) в области разработки сплавов системы Mg–Gd–Y–Zn [24–29], содержащих LPSO-фазы. Установлено, что повышенные прочностные характеристики этих сплавов могут быть обусловлены не только наличием LPSO-фаз, но и формированием наночастиц других фаз (призматических, осадочных и базальных), содержащих гадолиний, а также возникающими дефектами упаковки.

В работе [24] изучены сплавы системы Mg–Gd–Y–Zn–Zr. Получены и проанализированы результаты применения новой комплексной технологии обработки, включающей двойную экструзию, ступенчатую горячую прокатку с последующей термической обработкой (старение), изучено ее влияние на механические свойства и эволюцию микроструктуры сплава состава Mg–10,5Gd–2,5Y–1,5Zn–0,5Zr (здесь и далее % (по массе)). Схема проведения технологического цикла обработки сплавов приведена на рис. 1.

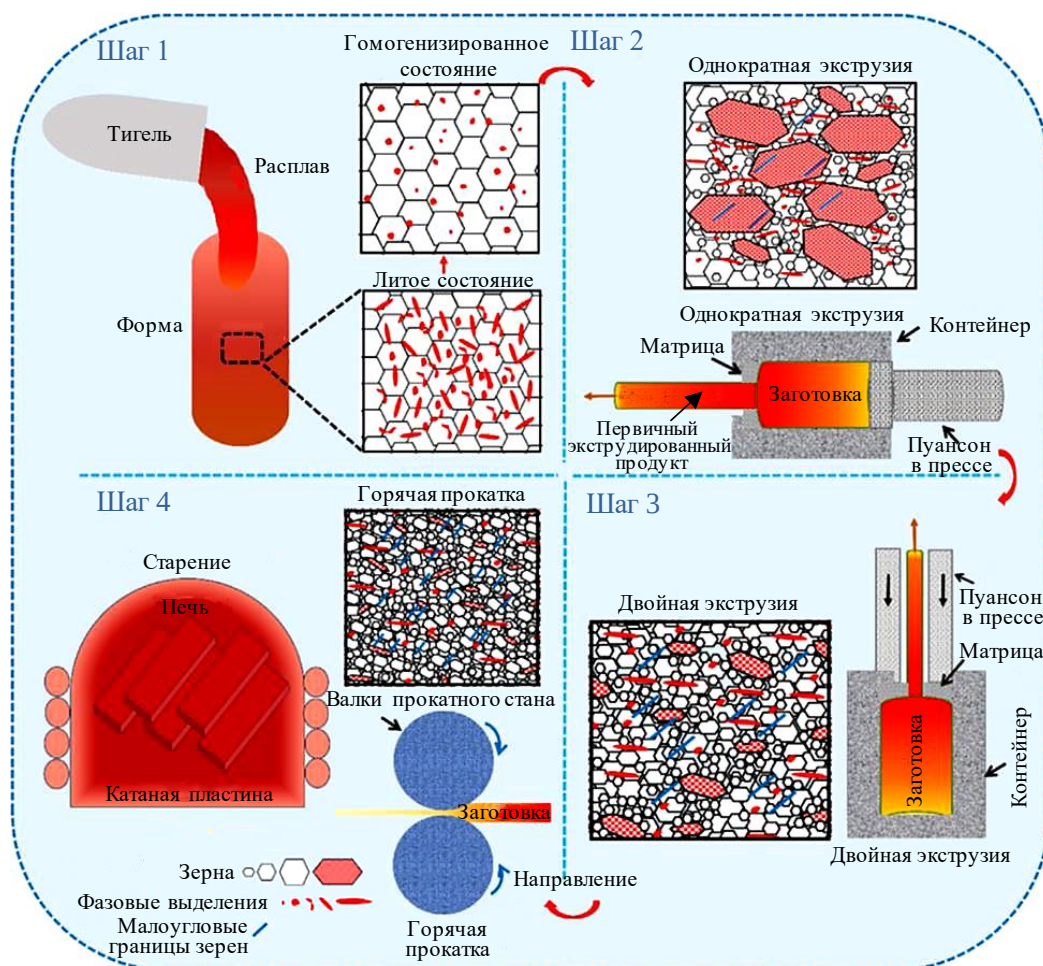


Рис. 1. Принципиальная схема технологического цикла обработки магниевого сплава системы Mg–Gd–Y–Zn–Zr [24]

Микроструктурные преобразования и вклад вторичных фаз имеют особое значение для повышения механических характеристик при использовании данной технологии. После проведения последовательных деформаций и термообработки сплав системы Mg–Gd–Y–Zn–Zr характеризуется высокими значениями предела текучести (220 МПа), предела прочности при растяжении (370 МПа) и относительного удлинения (8,0 %).

Установлено, что эволюция и дисперсия LPSO-фаз от 18R до 24R и значительное уменьшение размера зерен наряду с дисперсией вторичных фаз, таких как $Mg_5(Gd, Y)$ (β -фаза), $Mg_{24}Y_5$, в матрице положительно влияют на микроструктуру и ускоряют процесс скольжения дислокаций.

Кроме того, происходят изменения текстуры, положительно влияющие на динамику распределения дислокаций и приводящие к повышению их плотности.

Использование комплексной обработки не только приводит к измельчению зерна, но и повышает устойчивость сплавов к локализации деформаций.

При исследовании микроструктуры на оптическом микроскопе обнаружено изменение размеров зерен и их морфологии в сплаве состава $\text{Mg-10,5Gd-2,5Y-1,5Zn-0,5Zr}$ в состояниях после однократной экструзии и двойной экструзии, а также после горячей прокатки и старения по оптимальному режиму (рис. 2).

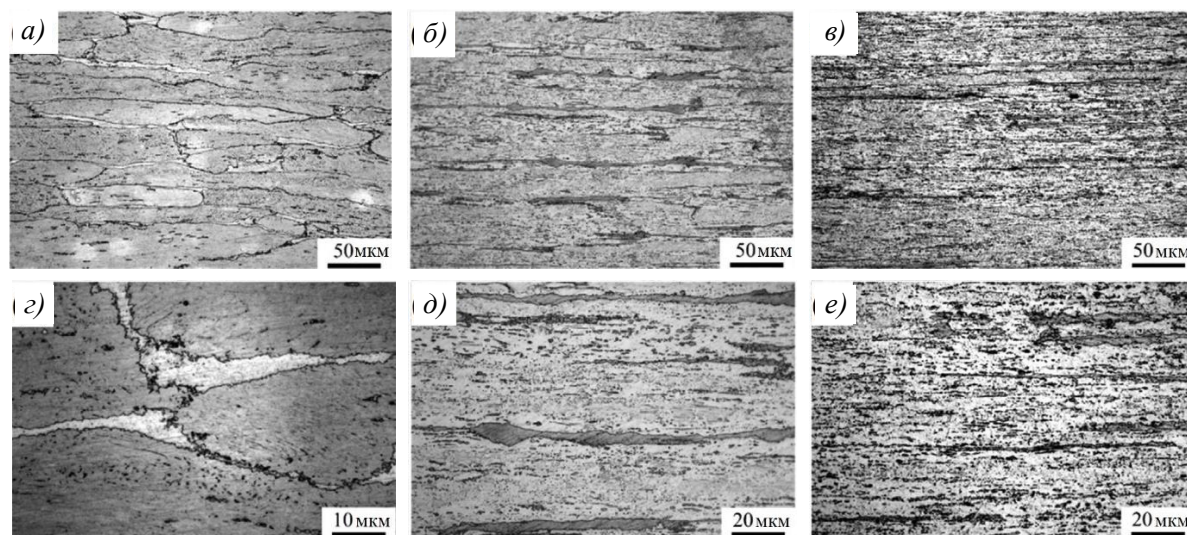


Рис. 2. Микроструктуры (оптическая микроскопия при различных увеличениях) магниевого сплава состава $\text{Mg-10,5Gd-2,5Y-1,5Zn-0,5Zr}$ после однократной (а, с) и двойной (б, д) экструзии, горячей прокатки и старения по оптимальному режиму (е, е) [24]

После однократной экструзии в сплаве формируются мелкие равноосные зерна, однако сохраняются и более крупные деформированные зерна. Для этого состояния характерно наличие значительной разнотерности. При этом средний размер зерен равен $\sim 3,5$ мкм (рис. 2, а, с). После повторной экструзии оставшиеся в результате первичной деформации более крупные зерна подвергались дальнейшему измельчению и одновременно удлинялись. В результате сформировались зерна со средним размером $\sim 2,5$ мкм. Тем не менее небольшая часть этих зерен все еще сохраняла большие размеры (рис. 2, б, д). Затем сплав подвергли горячей прокатке и последующему старению по оптимальному режиму. В этом случае средний размер зерен значительно уменьшился и составил $\sim 1,8$ мкм. Прокатка привела к практически полному исчезновению крупных зерен, в результате чего образовалась микроструктура, состоящая в основном из утонченных удлиненных зерен (рис. 2, е, е).

Подробное изучение микроструктуры методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии позволило установить, что сплав содержит LPSO-фазу.

Фазовый состав сплавов системы Mg-Gd-Y-Zn-Zr в различных состояниях дополнительно анализировали по результатам исследования на рентгеновском дифрактометре, работающем при напряжении 60 кВ и скорости сканирования 2 градуса/мин в диапазоне температур 20–100 °С (рис. 3).

В работе [25] сообщается о высокой прочности и пластичности сплавов LPSO-класса той же системы Mg-Gd-Y-Zn-Zr . Сплавы подвергли воздействию, вызвавшему формирование текстуры в деформированном полуфабрикате при протекании динамического фазообразования и последующего выделения фаз во время горячей деформации.

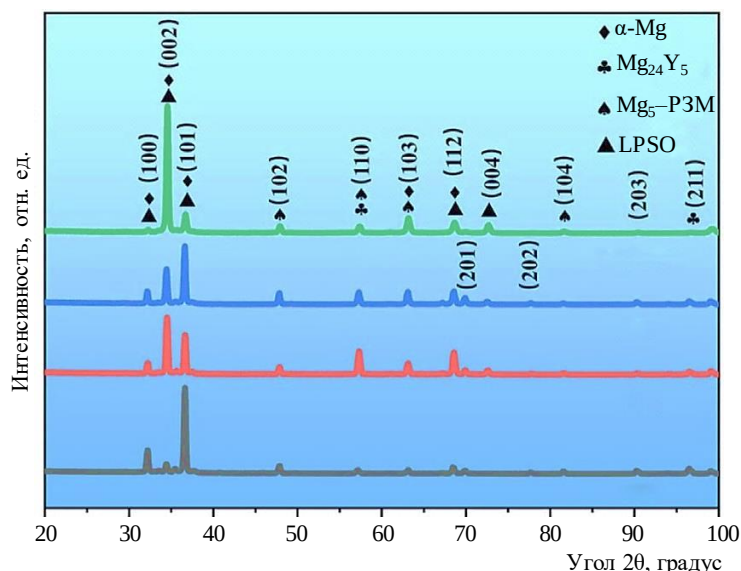


Рис. 3. Результаты рентгеноспектрального анализа структуры сплава системы Mg–Gd–Y–Zn–Zr после литья с гомогенизационным отжигом (—), однократной (—) и двойной (—) экструзии, горячей прокатки и старения по оптимальному режиму (—) [24]. LPSO – длиннопериодные фазы

Китайские исследователи при изучении сплавов указанной системы предложили новый высокопрочный сложнолегированный сплав марки GW83K на основе магния. Деформированные полуфабрикаты из этого сплава получены методом ротационной ковки в процессе обработки на ротационно-ковочной машине. Обнаружено, что значения предела прочности (710 МПа), предела текучести (650 МПа) и относительного удлинения (4,5 %) этого сплава после указанной обработки достигают максимально высоких значений, сопоставимых с уровнем свойств высокопрочных деформируемых алюминиевых сплавов. Анализ механических характеристик сплава после деформации показал, что столь высокие показатели получены в первую очередь благодаря наличию гадолиния, способствующему совместно с цинком и магнием образованию LPSO-фаз и других фаз типа $Mg_5(Gd, Y)$ [25, 26].

Результаты исследования [27] показали, что сплав состава Mg–14Gd–0,5Zr после максимальной выдержки при старении обладает высокими значениями прочностных характеристик: предел прочности ~482 МПа, предел текучести ~445 МПа. Однако полученный уровень относительного удлинения (2 %) не может рассматриваться как удовлетворительный. Кроме того, к недостаткам этого сплава следует отнести высокое содержание дорогостоящего РЗМ – гадолиния.

Для повышения прочностных свойств в процессе старения магниево-гадолиниевых сплавов к сплаву состава Mg–13,1Gd–0,4Zr добавлено небольшое количество серебра (1,6 % (по массе)). Установлено, что механические характеристики этого сплава значительно улучшились: пределы прочности и текучести достигли значений ~515 и ~421 МПа соответственно. Однако относительное удлинение составило ~3,1 % [28]. Следует отметить, что достижение столь высокого уровня прочностных характеристик за счет увеличения содержания гадолиния и введения серебра сопряжено со значительным удорожанием магниевого сплава и может служить препятствием для его практического применения в качестве конструкционного материала.

Сплав нового состава Mg–12Gd–3Y–0,4Zr в катаном и состаренном по оптимальному режиму состоянии также продемонстрировал высокий уровень механических свойств при растяжении. Пределы прочности и текучести достигли ~458 и ~343 МПа соответственно. Значение относительного удлинения в сплаве составило ~3,8 % [29].

Отечественные исследователи [30] в сплаве состава $\text{Mg-4,7Y-4,6Gd-0,3Zr}$ исследовали механизм старения и возврата. Анализ значений твердости по Бринеллю, удельного электрического сопротивления и результатов просвечивающей электронной микроскопии позволил изучить распад перенасыщенного твердого раствора на основе магния в сплаве, содержащем два РЗМ – иттрий и гадолиний. Исследованы изменения микроструктуры и свойств в указанном сплаве в процессе старения и рассмотрена возможность возврата после старения. Установлено, что данный сплав значительно упрочняется при старении после горячей экструзии (прессования) вследствие распада пересыщенного твердого раствора на основе магния, который протекает в следующей последовательности. Сначала образуется пересыщенный твердый раствор, затем формируются упорядоченные зоны, появляются фазы $\beta''(\text{D019})$ и Mg_3Gd , после чего выделяются фазы β' (cbco) и Mg_7Gd , и, наконец, образуются фазы с объемно-центрированной кубической решеткой и Mg_5Gd . Выделения отдельных призматических наноразмерных фаз способствуют формированию структурных областей в сплаве с высокой микротвердостью. Установлено, что максимальные прочностные характеристики достигаются при старении сплава при температуре 200 °С после выдержки в течение 64 ч.

Авторы также пришли к выводу, что сплав состава $\text{Mg-4,7Y-4,6Gd-0,3Zr}$ имеет тенденцию к возврату после старения, когда его подвергают последующему отжигу при температурах, превышающих температуру старения. Выявлена зависимость прохождения возврата после старения от температуры и продолжительности выдержки при отжиге. Процесс возврата сопровождается растворением ранее выделившихся фаз, что приводит к повышению пластических характеристик сплава одновременно со снижением прочностных свойств. Эффект от процесса возврата усиливается с повышением температуры отжига.

Известно, что из сплавов на основе магния, легированных РЗМ, проблематично изготовить детали сложной формы с помощью известных серийных технологий литья [31, 32]. При традиционном процессе литья возникают такие дефекты, как горячие трещины, неслитины и др. [33].

Производство объемных и крупногабаритных деталей с использованием аддитивных технологий в последнее время стало рассматриваться как наиболее прогрессивный метод обработки сплавов системы Mg-РЗМ благодаря возможности быстрого формообразования без использования специальной оснастки. При этом значительные успехи достигнуты при разработке магниевых сплавов, содержащих гадолиний в качестве основного легирующего компонента [34, 35].

Для получения сплавов системы Mg-РЗМ наиболее широко применяют следующие аддитивные технологии: лазерное наплавление в порошковом слое (Laser Powder Bed Fusion), также известное как селективное лазерное сплавление (Selective Laser Melting) [36–39], лазерное напыление с направленной энергией (Laser Directed Energy Deposition) [40] и электродуговую наплавку проволоки (Wire-Arc Directed Energy Deposition (WA-DED)) [41–50]. Лазерам присущи высокая отражательная способность и низкая эффективность осаждения, что может в значительной мере ограничивать практическое применение лазерного сплавления и лазерного напыления с направленной энергией. В результате акцент исследований в области получения крупногабаритных деталей и полуфабрикатов из сложнолегированных сплавов системы Mg-РЗМ смещается в сторону процесса WA-DED.

В настоящее время сплавы системы Mg-Gd-Y-Zr (серия GW) являются одними из наиболее часто используемых сплавов системы Mg-РЗМ для проведения научных исследований в области аддитивных технологий, оптимизации составов и их дальнейшего промышленного применения.

Например, сплавы составов Mg–6Gd–3Y–0,5Zr (GW63K) и Mg–10Gd–2Y–0,5Zr (GW102K) разработаны и исследованы авторами работ [45, 48] с использованием метода холодного переноса металла (Cold Metal Transfer). Сравнивая полученные результаты, можно установить, что содержание гадолиния влияет не только на характеристики микроструктуры, такие как морфология и топология эвтектических фаз, но и на растворимость легирующих компонентов в α -твердом растворе на основе магния и характер нановыделений фаз *in situ* в процессе старения. Гадолиний оказывает влияние на механизмы упрочнения и разрушения, а также на другие микро- и макропроцессы в данных сплавах.

В работе [41] изучено влияние гадолиния на эволюцию микроструктуры и механические характеристики сплавов системы Mg–Gd–Y–Zr после проведения WA-DED и последующей термообработки. Авторы представили результаты масштабных исследований характеристик микроструктуры и определения механических свойств сплавов состава Mg– x Gd–2Y–0,5Zr (где $x = 4, 7, 10$). Морфология поверхности заготовок, выполненных из этих сплавов, схема отбора и размеры образцов для исследования показаны на рис. 4. Образцы вырезали в перпендикулярном (Transverse Direction – TD) и параллельном (Building Direction – BD) оси построения направлениях.

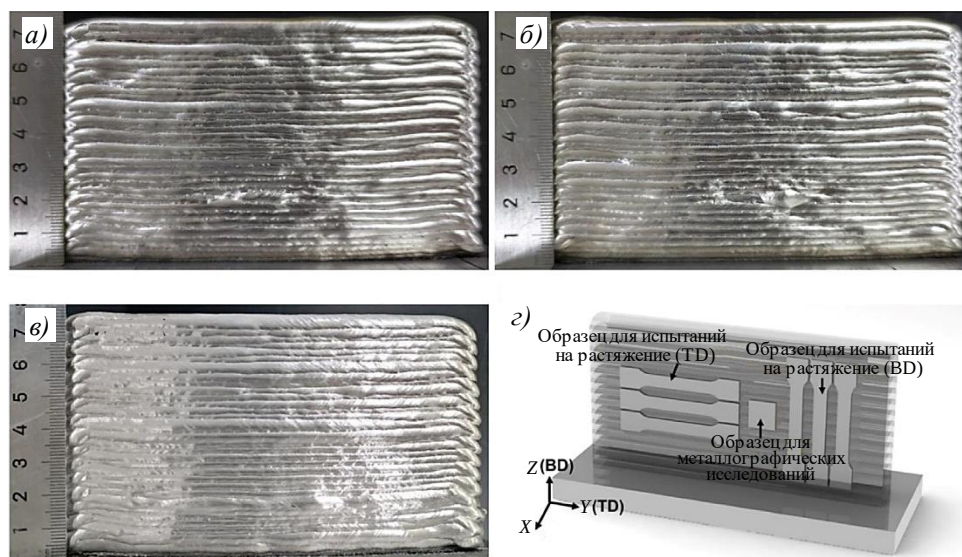


Рис. 4. Морфология поверхности наплавленных сплавов GW42K (а), GW72K (б), GW102K (в) и места отбора образцов (в перпендикулярном (TD) и параллельном (BD) оси построения направлениях) для испытаний на растяжение и металлографических исследований (г) [41]

Испытания на растяжение при комнатной температуре проводили на универсальной механической испытательной машине (СМТ-5105) с постоянной скоростью деформации 0,6 мм/мин.

Как выявлено ранее, сплавы системы Mg–Gd–Y–Zr характеризуются значительным эффектом упрочнения при старении, поэтому к образцам, полученным по технологии WA-DED, для оптимизации механических свойств применен полный цикл термообработки, включающий два основных этапа:

- обработку на твердый раствор с последующей закалкой в воде;
- искусственное старение с охлаждением в воздушной среде.

Схематическое изображение размеров образцов для испытания на растяжение и последовательность термообработки показаны на рис. 5.

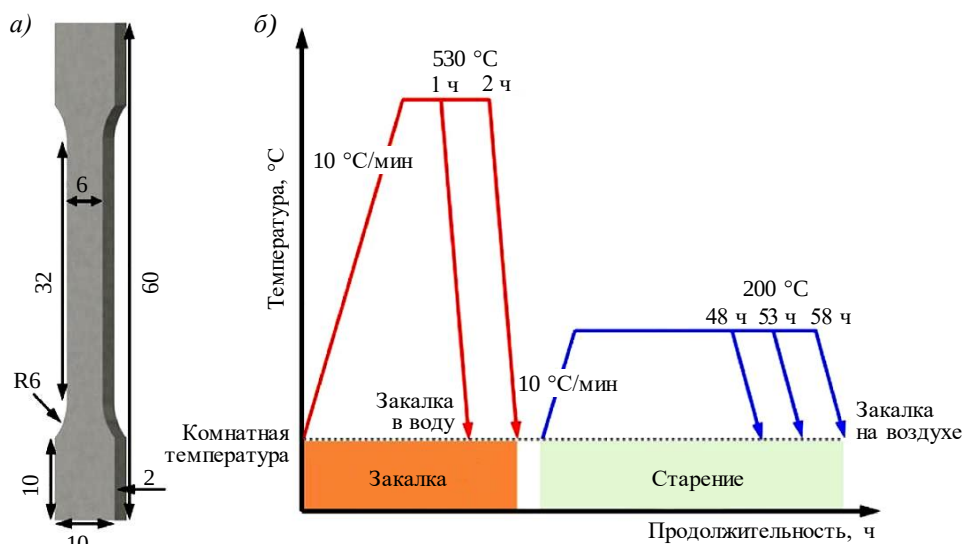


Рис. 5. Размеры образцов (мм) из сплава системы Mg–Gd–Y–Zr для испытаний на растяжение (а) и схема проведения термообработки (б) [41]

По результатам исследований [42, 45] установлено, что оптимальная температура нагрева сплава для обработки по режиму Т4 (закалка) составляет 530 °С. Оптимальная продолжительность выдержки при закалке определена по степени укрупнения зерен. В работе [41] доказано, что продолжительность выдержки при температуре закалки на твердый раствор (Т4) составляет 1 и 2 ч. Это позволяет изучить влияние содержания гадолиния на возможный аномальный рост зерен во время обработки по режиму Т4. Оптимальная температура последующей обработки старением составляет 200 °С [42, 45], а продолжительность выдержки определена по моменту достижения максимальной микротвердости основных интерметаллидных фаз сплава. Полный цикл термообработки (Т6) проводили в атмосфере аргона, а скорость нагрева составила 10 °С/мин (рис. 5) [41].

Изучено влияние содержания гадолиния на свойства магниевых сплавов серии GW в различных состояниях при растяжении при комнатной температуре (см. таблицу). Для образцов в исходном состоянии (после наплавления) и после закалки и старения (Т6) пределы текучести и прочности при растяжении постепенно возрастают по мере увеличения содержания гадолиния, в то время как относительное удлинение, соответственно, уменьшается.

Однако для образцов в состоянии после закалки (Т4) изменение содержания гадолиния существенно не повлияло на свойства при растяжении. Анализ результатов (см. таблицу) показал, что прочность при растяжении в обоих направлениях практически одинакова, в то время как пластичность при испытании в TD-направлении больше по сравнению с BD-направлением. Согласно результатам, изложенным в статье [44], это явление можно объяснить тем фактом, что дефекты в изготовленном материале распределены особым образом.

После обработки по режиму Т4 пределы текучести и прочности трех составов сплавов составили ~130 и ~235 МПа соответственно, относительное удлинение достигло ~15 %.

Максимальные значения прочностных характеристик отмечены для образцов из сплава GW102K в состоянии после полного цикла термообработки, вырезанных в направлении как BD, так и TD. Пределы прочности и текучести составили 367–371 и 239–243 МПа соответственно. Однако величина относительного удлинения этого сплава в состоянии Т6 снизилась до ~4 %.

Влияние гадолиния на механические свойства сплавов системы Mg–Gd–Y–Zr, изготовленных по технологии электродуговой наплавки проволоки [41]

Сплав	Состав, % (по массе)	Состояние	Предел текучести, МПа		Предел прочности, МПа		Относительное удлинение, %	
			BD	TD	BD	TD	BD	TD
GW42K	Mg–4,43Gd–2,28Y–0,49Zr	Исходное (после наплавки)	135±1,2	129±0,6	232±1,2	232±1,2	10,7±0,3	12,4±0,2
		T4	126±1,5	122±1,0	230±1,5	226±1,5	14,6±0,6	15,6±0,1
		T6	216±1,2	217±1,2	314±3,0	316±2,1	4,0±0,3	4,7±0,2
GW72K	Mg–7,36Gd–2,34Y–0,46Zr	Исходное (после наплавки)	148±1,5	144±1,5	240±1,2	243±2,1	10,4±0,2	12,3±0,2
		T4	129±1,0	127±0,6	235±1,5	236±1,0	14,1±0,2	15,2±0,2
		T6	230±1,0	229±1,5	331±6,6	337±1,0	4,2±0,6	4,8±0,2
GW102K	Mg–10,39Gd–2,18Y–0,45Zr	Исходное (после наплавки)	151±4,6	149±3,2	240±3,9	247±4,0	6,1±1,6	8,1±0,7
		T4	132±1,2	129±0,6	241±1,5	238±1,5	14,4±0,1	14,6±0,1
		T6	243±1,0	239±1,0	367±1,0	371±1,5	3,9±0,2	4,0±0,2

Примечание. Механические свойства при растяжении определены в параллельном (BD) и перпендикулярном (TD) оси построения направлений, которые соответствуют направлениям, приведенным на рис. 4. Представлены средние результаты при испытании трех образцов.

Для получения более четкого представления о процессах, происходящих в структуре новых сплавов системы Mg–Gd–Y–Zr, изготовленных по технологии WA-DED, исследовано влияние термической обработки на их микроструктуру. Образцы для металлографических исследований вырезаны из тонкостенных заготовок методом электроэрозионной резки. Для изучения процессов осаждения (выпадения) нанодисперсных частиц фаз, распределения в них элементов и подробного исследования тонкой структуры использованы просвечивающий электронный микроскоп, энергодисперсионный спектрометр и сканирующий электронный микроскоп.

Размер шага сканирования для дифракции обратного рассеяния электронов установлен равным 2 мкм. Размер зерна и характеристики границ зерен получены путем анализа данных дифракции обратного рассеяния электронов с использованием программного обеспечения.

На рис. 6 и 7 представлены результаты исследования микроструктуры и данные рентгеноструктурного анализа сплавов состава Mg–xGd–2Y–0,5Zr (где x = 4, 7, 10), полученные после распада твердого раствора в результате проведения термообработки.

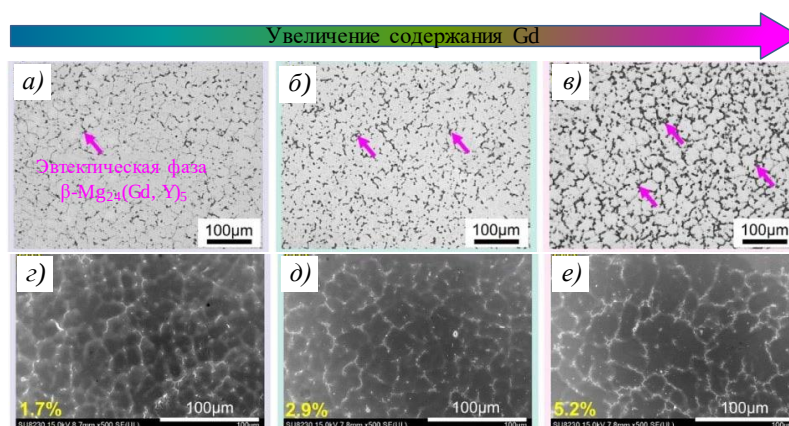


Рис. 6. Эволюция эвтектической фазы в образцах из сплавов GW42K (а, з), GW72K (б, д), GW102K (в, е), изготовленных по технологии электродуговой наплавки проволоки. Изображения получены с помощью оптической (а–в) и сканирующей электронной микроскопии (з–е) [41]

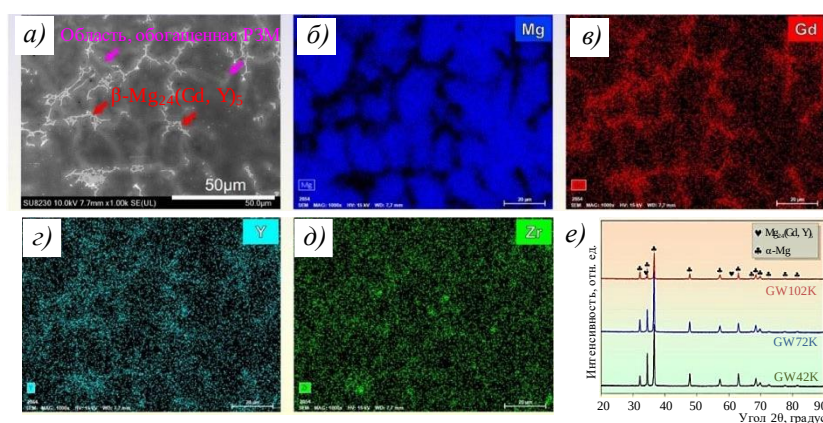


Рис. 7. Изображение, полученное с помощью сканирующей электронной микроскопии (а) и соответствующие результаты исследования микроструктуры сплава GW102K с помощью энергодисперсионного спектрометра (б–д), изменения характера рентгенограмм образцов из сплавов GW42K, GW72K, GW102K после осаждения (выпадения) нанодисперсных интерметаллидных фаз (е)

Как показано на рис. 6, а–в, металлографическая структура сплавов состоит преимущественно из α -твердого раствора на основе магния и частиц эвтектических фаз, распределенных по границам зерен. Согласно результатам исследования микроструктуры методом сканирующей электронной микроскопии, при увеличении содержания гадолиния с 4 до 7 % (по массе), а затем до 10 % (по массе) тип эвтектической фазы постоянен, в то время как ее морфология изменяется с островкообразной до прерывистой стержнеобразной, а затем до непрерывной сетки (рис. 6, з–е).

Следует отметить, что не все магниевые сплавы системы легирования Mg–Gd–Y относятся к LPSO-классу. Несмотря на наличие РЗМ (гадолиния и иттрия), некоторые сплавы не содержат других необходимых легирующих компонентов (в частности, цинка). Поэтому повышение прочностных характеристик после проведения полного цикла термообработки протекает в этих сплавах по обычному механизму.

Результаты статистической обработки данных свидетельствуют об изменении содержания эвтектической фазы с 1,7 % в сплаве GW42K до 2,9 % в сплаве GW72K, а затем до 5,2 % в сплаве GW102K [41].

Изображение, полученное методом сканирующей электронной микроскопии, и соответствующие результаты энергодисперсионного картирования представлены на рис. 7 в трехмерном изображении. На рис. 7, а показаны области, обогащенные РЗМ, и распределение частиц эвтектической фазы β -Mg₂₄(Gd, Y)₅.

Отмечены области α -твердого раствора на основе магния (рис. 7, б), а также области, расположенные вдоль границ зерен и обогащенные легирующими компонентами: гадолинием (рис. 7, в), иттрием (рис. 7, з) и цирконием (рис. 7, д).

Фазовый состав сплавов в различных условиях анализировали с помощью рентгеновского дифрактометра, работающего при напряжении 60 кВ и скорости сканирования 2 градуса/мин в диапазоне температур 20–100 °С.

Результаты фазового анализа подтвердили, что увеличение содержания гадолиния не влияет на тип осаждения эвтектической фазы. Следует отметить, что нанодисперсные частицы фаз и частицы вторичных фаз субмикронного масштаба, присутствующие в сплаве системы Mg–Gd–Y–Zr, не выявлены с помощью сканирующей электронной микроскопии.

При увеличении содержания гадолиния с 4 до 10 % (по массе) морфология эвтектической фазы β -Mg₂₄(Gd, Y)₅ изменяется с прерывистой формы до непрерывной

сетчатой. Площадь области, обогащенной нанодисперсной β -фазой и эвтектической фазой, значительно увеличивается. Кроме того, повышенное содержание гадолиния приводит к измельчению зерна за счет увеличения количества центров зарождения нанодисперсных интерметаллидных фаз.

Во время обработки на твердый раствор с последующей закалкой увеличение содержания гадолиния вызывает эффективное подавление роста зерен за счет более высокого содержания эвтектической фазы и большей области обогащения.

В то же время изменение содержания гадолиния практически не влияет на свойства образцов в состоянии Т4 (закалка) при растяжении при комнатной температуре, поскольку существует лишь незначительная разница в упрочнении раствора в закаленном состоянии.

После проведения старения повышенное содержание гадолиния приводит к возрастанию количества нанодисперсных выделений β' -фазы. Одновременно с увеличением содержания гадолиния с 4 до 10 % (по массе) в сплавах в состоянии Т6 (закалка + старение) происходит заметное возрастание пределов прочности (на ~ 12 %) и текучести (на ~ 17 %) в BD- и TD-направлениях (см. таблицу).

Заключения

В настоящее время магниево-гадолиниевые сплавы получили широкое распространение. Разрабатываются новые сплавы систем легирования Mg–Gd–Y–Zn–Zr и Mg–Gd–Y–Zn (сплавы LPSO-класса), а также систем Mg–Gd–Y–Zr, Mg–Gd–Zr–Ag и др.

Изучается возможность применения сложных и нестандартных технологических схем обработки.

Максимальный уровень механических характеристик при растяжении деформированных полуфабрикатов получен для сплава LPSO-класса марки GW83K после обработки по методу ротационнойковки: $\sigma_b \approx 710$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 650$ МПа, $\delta \approx 4,5$ %. Высокие прочностные характеристики обусловлены наличием LPSO-фаз и формированием наночастиц фаз (призматических, осадочных и базальных), содержащих гадолиний, в частности фазы β -Mg₂₄(Gd, Y)₅ с дисперсным характером зеренной структуры.

Сложный технологический цикл обработки сплавов системы Mg–Gd–Y–Zn–Zr, включающий различные виды деформации и термической обработки, позволяет получить полуфабрикаты с практически изотропными свойствами: $\sigma_b \geq 370$ МПа, $\sigma_{0,2} \geq 220$ МПа, $\delta \geq 8,0$ %.

Использование современной технологии WA-DED для сплавов системы Mg–Gd–Y–Zr эффективно при изготовлении объемных тонкостенных деталей сложной формы.

Интенсивность проведения работ, направленных на изучение магниево-гадолиниевых сплавов, свидетельствует об их конкурентоспособности и перспективности.

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

Список источников

1. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники // 75 лет. Авиационные материалы и технологии. М.: ВИАМ, 2007. С. 20–26.
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. Эмли Е.Ф. Основы технологии производства и обработки магниевых сплавов / под ред. М.Е. Дрица. М.: Металлургия, 1972. 488 с.

4. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16–21.
5. Magnesium alloys for aerospace market transformation and outlook // Market Research Intellect: An international provider of market research reports. URL: <http://www.marketresearchintellect.com> (дата обращения: 02.02.2026).
6. Магниеые сплавы: справочник в 2 ч. / под ред. М.Б. Альтмана, М.Е. Дрица, М.А. Тимоновой, М.В. Чухрова. М.: Металлургия, 1978. Ч. 1. Металловедение магния и его сплавов. Области применения. 232 с.
7. Акинина М.В., Мостяев И.В., Волкова Е.Ф., Алиханян А.А. Сравнительные исследования структуры, особенностей фазового состава и механических свойств деформированных полуфабрикатов из магниевого сплава ВМД16 // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 4 (69). С. 36–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-36-50.
8. Волкова Е.Ф., Леонов А.А., Акинина М.В., Мостяев И.В., Алиханян А.А. Редкоземельные металлы и прогресс в области деформируемых магневых сплавов. Обзор // Технология легких сплавов. 2025. № 4. С. 23–38.
9. Акинина М.В., Мостяев И.В., Волкова Е.Ф., Алиханян А.А. Исследование влияния легирующих элементов на температурный порог воспламенения и огнестойкость деформируемого магниевого сплава марки ВМД16 // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). С. 60–74. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.02.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-60-74.
10. Волкова Е.Ф., Мостяев И.В., Акинина М.В., Алиханян А.А. Исследование закономерностей влияния термической обработки на структуру, фазовый состав и механические свойства среднегабаритных поковок из жаропрочного сплава системы Mg–Zn–Zr–PЗЭ // Труды ВИАМ. 2024. № 1 (131). С. 13–26. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-1-13-26.
11. Карачевцев Ф.Н., Ерошкин С.Г., Трофимов Н.В., Леонов А.А., Поповнина Н.А. Разработка стандартных образцов состава магниевого сплава МЛ19 // Труды ВИАМ. 2022. № 1 (107). С. 26–34. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-26-34.
12. Yoshimoto S., Yamasaki M., Kawamura Y. Microstructure and Mechanical Properties of Extruded Mg–Zn–Y Alloys with 14H Long Period Ordered Structure // Materials Transactions. 2006. Vol. 47. P. 959–965.
13. Kawamura Y., Yamasaki M. Formation and Mechanical Properties of Mg97Zn1RE2 Alloys with Long-Period Stacking Ordered Structure // Materials Transactions. 2007. Vol. 48. Is. 11. P. 2986–2992.
14. Hagihara K., Yokotani N., Umakoshi Y. Plastic deformation behavior of Mg12YZn with 18R long-period stacking ordered structure // Intermetallics. 2010. Vol. 18. P. 267–276.
15. Hagihara K., Kinoshita A., Sugino Y. et al. Effect of long-period stacking ordered phase on mechanical properties of Mg97Zn1Y2 extruded alloy // Acta Materialia. 2010. Vol. 58. P. 6282–6293.
16. Noda M., Matsumoto R., Kawamura Y. Forging Induces Changes in the Formability and Microstructure of Extruded Mg96Zn2Y2 Alloy with a Long-Period Stacking Order Phase // Material Science and Engineering A. 2013. Vol. 563. P. 21–27.
17. Hagihara K., Kinoshita A., Fukusumi Y. et al. Hightemperature compressive deformation behavior of Mg97Zn1Y2 extruded alloy containing a long period stacking ordered (LPSO) phase // Materials Science and Engineering A. 2013. Vol. 560. P. 71–79.
18. Yasuda N., Kimura S. Measurement of Thermal Expansion Coefficient of 18R-Synchronized Long-Period Stacking Ordered Magnesium Alloy // Materials Transactions. 2016. Vol. 57. Is. 6. P. 1010–1013.
19. Volkova E.F., Antipov V.V., Zavodov A.V. A Study of the Fine Structure and Phase Composition of Magnesium Alloy VMD16 in Cast and Homogenized Conditions // Metal Science and Heat Treatment. 2019. Vol. 61 (19). P. 143–148.
20. Волкова Е.Ф., Рохлин Л.Л., Овсянников Б.В. Современные деформируемые магниевые сплавы: состояние и перспективы применения в высокотехнологичных отраслях промышленности: учеб. пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2021. 392 с.

21. Мостяев И.В. Исследование влияния технологических параметровковки, штамповки и термической обработки на структуру, фазовый состав и уровень свойств деформированных полуфабрикатов из жаропрочного магниевого сплава марки ВМД16: дис. ... канд. техн. наук. М., 2024. 153 с.
22. Леонов А.А. Литейные магнеливые сплавы системы Mg–PЗЭ–Zr с повышенной температурой воспламенения: дис. ... канд. техн. наук. М., 2024. 125 с.
23. Волкова Е.Ф., Акинина М.В., Мостяев И.В. Пути повышения основных механических характеристик магнеливых деформируемых сплавов // Труды ВИАМ. 2017. № 10 (58). С. 15–23. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.02.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-2-2.
24. Wang J., Khan M.A., Dai S. et al. Effect of double-extrusion following by stepwise-hot-rolling on microstructures and mechanical properties of Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloy // Journal of Magnesium and Alloys. 2025. Vol. 13. Is. 9. P. 4327–4345.
25. Zhao X., Yang Z., Zhang J. et al. Formation and transformation of metastable LPSO building blocks clusters in Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloys by spinodal decomposition and heterogeneous nucleation // Journal of Magnesium and Alloys. 2024. Vol. 12. Is. 2. P. 673–686.
26. Liu H., Xue F., Bai J. et al. Formation Behavior of 14H Long Period Stacking Ordered Structure in Mg–Y–Zn Cast Alloys with Different α -Mg Fractions // Journal of Materials Science & Technology. 2016. Vol. 32. Is. 12. P. 1267–1273.
27. Li R.G., Nie J.F., Huang G.J. et al. Development of high-strength magnesium alloys via combined processes of extrusion, rolling and ageing // Scripta Materialia. 2011. Vol. 64. Is. 10. P. 950–953.
28. Zhang Y., Rong W., Wu Y., Peng L. Achieving ultra-high strength in Mg–Gd–Ag–Zr wrought alloy via bimodal-grained structure and enhanced precipitation // Journal of Materials Science & Technology. 2020. Vol. 54. P. 160–170.
29. Fan M., Cui Y., Zhang Y. et al. Achieving high strength-ductility synergy in a Mg97Y1Zn1Ho1 alloy via a nano-spaced long-period stacking-ordered phase // Journal of Magnesium and Alloys. 2023. Vol. 11. Is. 4. P. 1321–1331.
30. Lukyanova E.A., Rokhlin L.L., Tabachkova N.Yu. et al. Reversion after ageing in an Mg–Y–Gd–Zr alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2015. Vol. 635. P. 173–179.
31. Pollock T.M. Weight Loss with Magnesium Alloys // Science. 2010. Vol. 328 (5981). P. 986–987.
32. Proust G. Processing magnesium at room temperature // Science. 2019. Vol. 365 (6448). P. 30–31. DOI: 10.1126/science.aax9732.
33. Wu G., Wang C., Sun M., Ding W. Recent developments and applications on high-performance cast magnesium rare-earth alloys // Journal of Magnesium and Alloys. 2021. Vol. 9. Is. 1. P. 1–20.
34. Gu D., Shi X., Poprawe R. et al. Material-structure-performance integrated laser-metal additive manufacturing // Science. 2021. Vol. 372 (6545). P. eabg1487. DOI: 10.1126/science.abg1487.
35. Huang K., Li X., Fang X., Lu B. State-of-the-Art Progress and Outlook in Wire Arc Additive Manufacturing of Magnesium Alloys // Acta Metallurgica Sinica. 2025. Vol. 61. Is. 3. P. 397–419.
36. Li X., Fang X., Jiang X. et al. Additively manufactured high-performance AZ91D magnesium alloys with excellent strength and ductility via nanoparticles reinforcement // Additive Manufacturing. 2023. Vol. 69. Art. 103550. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103550.
37. Li X., Fang X., Wang S. et al. Selective laser melted AZ91D magnesium alloy with superior balance of strength and ductility // Journal of Magnesium and Alloys. 2022. Vol. 11. Is. 12. P. 4644–4658.
38. Li K., Chen W., Yin B. et al. A comparative study on WE43 magnesium alloy fabricated by laser powder bed fusion coupled with deep cryogenic treatment: Evolution in microstructure and mechanical properties // Additive Manufacturing. 2023. Vol. 77. Art. 103814. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103814.
39. Ling C., Li Q., Zhang Z. et al. Influence of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion behavior of WE43 alloy fabricated by laser-beam powder bed fusion // International Journal of Extreme Manufacturing. 2023. Vol. 6 (1). Art. 015001. DOI: 10.1088/2631-7990/acfad5.
40. Jiang Y., Tang H., Li Z. et al. Additive manufactured Mg–Gd–Y–Zr alloys: Effects of Gd content on microstructure evolution and mechanical properties // Additive Manufacturing. 2022. Vol. 59. Part A. Art. 103136. DOI: 10.1016/j.addma.2022.103136.

41. Li X., Guo J., Zhang M. et al. Uncovering the impact of Gd content on the microstructure and mechanical properties of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloys // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2025. DOI: 10.1016/j.jma.2025.04.019.
42. Li X., Fang X., Fang D. et al. On the excellent strength-ductility synergy of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloy via manipulating precipitates // *Additive Manufacturing*. 2023. Vol. 77. Art. 103794. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103794.
43. Li X., Fang X., Zhang M. et al. Enhanced strength-ductility synergy of magnesium alloy fabricated by ultrasound assisted directed energy deposition // *Journal of Materials Science & Technology*. 2024. Vol. 178. P. 247–261.
44. Li X., Fang X., Zhang M. et al. Gradient microstructure and prominent performance of wire-arc directed energy deposited magnesium alloy via laser shock peening // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. 2023. Vol. 188. Art. 104029. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2023.104029.
45. Li X., Fang X., Zhang Z. et al. Revealing precipitation behavior and mechanical response of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloy by tailoring aging procedures // *International Journal of Extreme Manufacturing*. 2024. Vol. 6 (4). Art. 045001. DOI: 10.1088/2631-7990/ad35fd.
46. Li X., Zhang M., Fang X. et al. Improved strength-ductility synergy of directed energy deposited AZ31 magnesium alloy with cryogenic cooling mode // *Virtual and Physical Prototyping*. 2023. Vol. 18. Is. 1. Art. e2170252. DOI: 10.1080/17452759.2023.2170252.
47. Cao Q., Zeng C., Qi B. et al. Excellent isotropic mechanical properties of directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloys via establishing homogeneous equiaxed grains embedded with dispersed nano-precipitation // *Additive Manufacturing*. 2023. Vol. 67. Art. 103498. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103498.
48. Ma D., Xu C., Sui S. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of wire arc additively manufactured Mg–Gd–Y–Zr alloy by post heat treatments // *Virtual and Physical Prototyping*. 2023. Vol. 18. Is. 1. Art. e2225492. DOI: 10.1080/17452759.2023.2225492.
49. Tong X., Wu G., Easton M.A. et al. Microstructural evolution and strengthening mechanism of Mg–Y–RE–Zr alloy fabricated by quasi-directed energy deposition // *Additive Manufacturing*. 2023. Vol. 67. Art. 103487. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103487.
50. Ma D., Xu C., Sui S. et al. Customized heat treatment process enabled excellent mechanical properties in wire arc additively manufactured Mg–RE–Zn–Zr alloys // *International Journal of Extreme Manufacturing*. 2024. Vol. 6 (4). Art. 045006. DOI: 10.1088/2631-7990/ad48ea.

References

1. Kablov E.N. Main results and directions of development of materials for advanced aviation technology. 75 years. *Aviation materials and technologies*. Moscow: VIAM, 2007, pp. 20–26.
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. Emli E.F. *Fundamentals of the Technology of Production and Processing of Magnesium Alloys*. Ed. M.E. Drits. Moscow: Metallurgiya, 1972, 488 p.
4. Kablov E.N. New Generation Materials – the Basis for Innovation, Technological Leadership, and National Security of Russia. *Intellekt i tekhnologii*, 2016, no. 2 (14), pp. 16–21.
5. Magnesium alloys for aerospace market transformation and outlook. *Market Research Intellect: An international provider of market research reports*. Available at: <http://www.marketresearchintellect.com> (accessed: February 02, 2026).
6. *Magnesium alloys: handbook in 2 parts*. Ed. M.B. Altman, M.E. Dritz, M.A. Timonova, M.V. Chukhrov. Moscow: Metallurgiya, 1978, part 1: Metallurgy of magnesium and its alloys. Application areas, 232 p.
7. Akinina M.V., Mostyaev I.V., Volkova E.F., Alikhanyan A.A. Comparative studies of the structure, features of the phase composition and mechanical properties of deformed semi-finished products from VMD16 magnesium alloy. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 36–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 02, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-36-50.

8. Volkova E.F., Leonov A.A., Akinina M.V., Mostyaev I.V., Alikhanyan A.A. Rare earth metals and progress in the field of deformable magnesium alloys. Review. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2025, no. 4, pp. 23–38.
9. Akinina M.V., Mostyaev I.V., Volkova E.F., Alikhanyan A.A. Investigation of the influence of alloying elements on the temperature threshold of ignition and fire resistance of a VMD16 wrought magnesium alloy. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 60–74. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: February 02, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-60-74.
10. Volkova E.F., Mostyaev I.V., Akinina M.V., Alikhanyan A.A. Studies of the regularities of the heat treatment influence on the structure, phase composition and mechanical properties of medium-sized forgings made of heat-resistant alloy of the Mg–Zn–Zr–REE system. *Trudy VIAM*, 2024, no. 1 (131), pp. 13–26. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 02, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-1-13-26.
11. Karachevtsev F.N., Eroshkin S.G., Trofimov N.V., Leonov A.A., Popovkina N.A. Development of standard samples of magnesium alloy ML19. *Trudy VIAM*, 2022, no. 1 (107), pp. 26–34. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 02, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-26-34.
12. Yoshimoto S., Yamasaki M., Kawamura Y. Microstructure and Mechanical Properties of Extruded Mg–Zn–Y Alloys with 14H Long Period Ordered Structure. *Materials Transactions*, 2006, vol. 47, pp. 959–965.
13. Kawamura Y., Yamasaki M. Formation and Mechanical Properties of Mg97Zn1RE2 Alloys with Long-Period Stacking Ordered Structure. *Materials Transactions*, 2007, vol. 48, is. 11, pp. 2986–2992.
14. Hagihara K., Yokotani N., Umakoshi Y. Plastic deformation behavior of Mg12YZn with 18R long-period stacking ordered structure. *Intermetallics*, 2010, vol. 18, pp. 267–276.
15. Hagihara K., Kinoshita A., Sugino Y. et al. Effect of long-period stacking ordered phase on mechanical properties of Mg97Zn1Y2 extruded alloy. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, pp. 6282–6293.
16. Noda M., Matsumoto R., Kawamura Y. Forging Induces Changes in the Formability and Microstructure of Extruded Mg96Zn2Y2 Alloy with a Long-Period Stacking Order Phase. *Material Science and Engineering A*, 2013, vol. 563, pp. 21–27.
17. Hagihara K., Kinoshita A., Fukusumi Y. et al. Hightemperature compressive deformation behavior of Mg97Zn1Y2 extruded alloy containing a long period stacking ordered (LPSO) phase. *Materials Science and Engineering A*, 2013, vol. 560, pp. 71–79.
18. Yasuda N., Kimura S. Measurement of Thermal Expansion Coefficient of 18R-Synchronized Long-Period Stacking Ordered Magnesium Alloy. *Materials Transactions*, 2016, vol. 57, is. 6, pp. 1010–1013.
19. Volkova E.F., Antipov V.V., Zavodov A.V. A Study of the Fine Structure and Phase Composition of Magnesium Alloy VMD16 in Cast and Homogenized Conditions. *Metal Science and Heat Treatment*, 2019, vol. 61 (19), pp. 143–148.
20. Volkova E.F., Rokhlin L.L., Ovsyannikov B.V. *Modern wrought magnesium alloys: status and application prospects in high-tech industries*: textbook. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2021, 392 p.
21. Mostyaev I.V. *Study of the influence of forging, stamping, and heat treatment process parameters on the structure, phase composition, and property level of deformed semi-finished products made of heat-resistant magnesium alloy grade VMD16*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 2024, 153 p.
22. Leonov A.A. *Casting magnesium alloys of the Mg–REE–Zr system with elevated ignition temperature*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 2024, 125 p.
23. Volkova E.F., Akinina M.V., Mostyaev I.V. The ways of rising of wrought magnesium alloys main mechanical characteristics. *Trudy VIAM*, 2017, no. 10 (58), pp. 15–23. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: February 03, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-2-2.
24. Wang J., Khan M.A., Dai S. et al. Effect of double-extrusion following by stepwise-hot-rolling on microstructures and mechanical properties of Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2025, vol. 13, is. 9, pp. 4327–4345.

25. Zhao X., Yang Z., Zhang J. et al. Formation and transformation of metastable LPSO building blocks clusters in Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloys by spinodal decomposition and heterogeneous nucleation. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2024, vol. 12, is. 2, pp. 673–686.
26. Liu H., Xue F., Bai J. et al. Formation Behavior of 14H Long Period Stacking Ordered Structure in Mg–Y–Zn Cast Alloys with Different α -Mg Fractions. *Journal of Materials Science & Technology*, 2016, vol. 32, is. 12, pp. 1267–1273.
27. Li R.G., Nie J.F., Huang G.J. et al. Development of high-strength magnesium alloys via combined processes of extrusion, rolling and ageing. *Scripta Materialia*, 2011, vol. 64, is. 10, pp. 950–953.
28. Zhang Y., Rong W., Wu Y., Peng L. Achieving ultra-high strength in Mg–Gd–Ag–Zr wrought alloy via bimodal-grained structure and enhanced precipitation. *Journal of Materials Science & Technology*, 2020, vol. 54, pp. 160–170.
29. Fan M., Cui Y., Zhang Y. et al. Achieving high strength-ductility synergy in a Mg₉₇Y₁Zn₁Ho₁ alloy via a nano-spaced long-period stacking-ordered phase. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2023, vol. 11, is. 4, pp. 1321–1331.
30. Lukyanova E.A., Rokhlin L.L., Tabachkova N.Yu. et al. Reversion after ageing in an Mg–Y–Gd–Zr alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, vol. 635, pp. 173–179.
31. Pollock T.M. Weight Loss with Magnesium Alloys. *Science*, 2010, vol. 328 (5981), pp. 986–987.
32. Proust G. Processing magnesium at room temperature. *Science*, 2019, vol. 365 (6448), pp. 30–31. DOI: 10.1126/science.aax9732.
33. Wu G., Wang C., Sun M., Ding W. Recent developments and applications on high-performance cast magnesium rare-earth alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2021, vol. 9, is. 1, pp. 1–20.
34. Gu D., Shi X., Poprawe R. et al. Material-structure-performance integrated laser-metal additive manufacturing. *Science*, 2021, vol. 372 (6545), pp. eabg1487. DOI: 10.1126/science.abg1487.
35. Huang K., Li X., Fang X., Lu B. State-of-the-Art Progress and Outlook in Wire Arc Additive Manufacturing of Magnesium Alloys. *Acta Metallurgica Sinica*, 2025, vol. 61, is. 3, pp. 397–419.
36. Li X., Fang X., Jiang X. et al. Additively manufactured high-performance AZ91D magnesium alloys with excellent strength and ductility via nanoparticles reinforcement. *Additive Manufacturing*, 2023, vol. 69, art. 103550. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103550.
37. Li X., Fang X., Wang S. et al. Selective laser melted AZ91D magnesium alloy with superior balance of strength and ductility. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022, vol. 11, is. 12, pp. 4644–4658.
38. Li K., Chen W., Yin B. et al. A comparative study on WE43 magnesium alloy fabricated by laser powder bed fusion coupled with deep cryogenic treatment: Evolution in microstructure and mechanical properties. *Additive Manufacturing*, 2023, vol. 77, art. 103814. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103814.
39. Ling C., Li Q., Zhang Z. et al. Influence of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion behavior of WE43 alloy fabricated by laser-beam powder bed fusion. *International Journal of Extreme Manufacturing*, 2023, vol. 6 (1), art. 015001. DOI: 10.1088/2631-7990/acfad5.
40. Jiang Y., Tang H., Li Z. et al. Additive manufactured Mg–Gd–Y–Zr alloys: Effects of Gd content on microstructure evolution and mechanical properties. *Additive Manufacturing*, 2022, vol. 59, part A, art. 103136. DOI: 10.1016/j.addma.2022.103136.
41. Li X., Guo J., Zhang M. et al. Uncovering the impact of Gd content on the microstructure and mechanical properties of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2025. DOI: 10.1016/j.jma.2025.04.019.
42. Li X., Fang X., Fang D. et al. On the excellent strength-ductility synergy of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zn–Zr alloy via manipulating precipitates. *Additive Manufacturing*, 2023, vol. 77, art. 103794. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103794.
43. Li X., Fang X., Zhang M. et al. Enhanced strength-ductility synergy of magnesium alloy fabricated by ultrasound assisted directed energy deposition. *Journal of Materials Science & Technology*, 2024, vol. 178, pp. 247–261.
44. Li X., Fang X., Zhang M. et al. Gradient microstructure and prominent performance of wire-arc directed energy deposited magnesium alloy via laser shock peening. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2023, vol. 188, art. 104029. DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2023.104029.

45. Li X., Fang X., Zhang Z. et al. Revealing precipitation behavior and mechanical response of wire-arc directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloy by tailoring aging procedures. *International Journal of Extreme Manufacturing*, 2024, vol. 6 (4), art. 045001. DOI: 10.1088/2631-7990/ad35fd.
46. Li X., Zhang M., Fang X. et al. Improved strength-ductility synergy of directed energy deposited AZ31 magnesium alloy with cryogenic cooling mode. *Virtual and Physical Prototyping*, 2023, vol. 18, is. 1, art. e2170252. DOI: 10.1080/17452759.2023.2170252.
47. Cao Q., Zeng C., Qi B. et al. Excellent isotropic mechanical properties of directed energy deposited Mg–Gd–Y–Zr alloys via establishing homogeneous equiaxed grains embedded with dispersed nano-precipitation. *Additive Manufacturing*, 2023, vol. 67, art. 103498. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103498.
48. Ma D., Xu C., Sui S. et al. Microstructure evolution and mechanical properties of wire arc additively manufactured Mg–Gd–Y–Zr alloy by post heat treatments. *Virtual and Physical Prototyping*, 2023, vol. 18, is. 1, art. e2225492. DOI: 10.1080/17452759.2023.2225492.
49. Tong X., Wu G., Easton M.A. et al. Microstructural evolution and strengthening mechanism of Mg–Y–RE–Zr alloy fabricated by quasi-directed energy deposition. *Additive Manufacturing*, 2023, vol. 67, art. 103487. DOI: 10.1016/j.addma.2023.103487.
50. Ma D., Xu C., Sui S. et al. Customized heat treatment process enabled excellent mechanical properties in wire arc additively manufactured Mg–RE–Zn–Zr alloys. *International Journal of Extreme Manufacturing*, 2024, vol. 6 (4), art. 045006. DOI: 10.1088/2631-7990/ad48ea.

Информация об авторах

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

Акинина Мария Владимировна, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Мостяев Игорь Владимирович, ведущий инженер, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дуюнова Виктория Александровна, начальник Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Алиханян Арман Артакович, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Maria V. Akinina, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

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

Статья поступила в редакцию 08.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 13.04.2026.
The article was submitted 08.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 13.04.2026.

Научная статья

УДК 621.792.053

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-42-54

ТЕРМОПЛАВКИЕ ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЕ К ДАВЛЕНИЮ КЛЕИ НА ОСНОВЕ БУТАДИЕН-СТИРОЛЬНЫХ СОПОЛИМЕРОВ: СВОЙСТВА И ПРИМЕРЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ

И.М. Дубровин¹, Манжосова Е.Н.¹, А.Ю. Исаев¹, Н.Ф. Лукина¹

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

Аннотация. Рассмотрены термоплавкие клеи, чувствительные к давлению (HMPSA), на основе термоэластопластов стирол-бутадиен-стирольного типа (SBS). Проанализировано влияние микрофазного разделения и состава блок-сополимеров на реологические параметры – модули упругости и вязкости, а также адгезионные свойства, включая липкость, прочность при сдвиге и отслаивании. Представлены современные методы нанесения HMPSA-клеев и их применение в авиационной, машиностроительной, электронной и смежных отраслях промышленности.

Ключевые слова: клеи чувствительные к давлению, клеи HMPSA, термоэластопласты, блок-сополимеры SBS, прочность при сдвиге, прочность при отслаивании

Для цитирования: Дубровин И.М., Манжосова Е.Н., Исаев А.Ю., Лукина Н.Ф. Термоплавкие чувствительные к давлению клеи на основе бутадиен-стирольных сополимеров: свойства и примеры использования // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 42–54. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-42-54.

Scientific article

HOT-MELT PRESSURE-SENSITIVE ADHESIVES BASED ON STYRENE-BUTADIENE COPOLYMERS: PROPERTIES AND APPLICATIONS

I.M. Dubrovin¹, E.N. Manzhosova¹, A.Yu. Isaev¹, N.F. Lukina¹

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

Abstract. The review examines hot-melt pressure-sensitive adhesives (HMPSA) based on styrene-butadiene-styrene (SBS) thermoplastic elastomers. The influence of microphase separation and block copolymer composition on the rheological parameters-elastic and viscous moduli as well as on the adhesive properties, including tack, shear, and peel strength, is analyzed. Modern HMPSA application methods and their use in aerospace, mechanical engineering, electronics, and related industrial fields are presented.

Keywords: pressure-sensitive adhesives, HMPSA adhesives, thermoplastics, SBS block copolymers, shear strength, peel strength

For citation: Dubrovin I.M., Manzhosova E.N., Isaev A.Yu., Lukina N.F. Hot-melt pressure-sensitive adhesives based on styrene-butadiene copolymers: properties and applications. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 42–54. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-42-54.

Введение

Самоклеящиеся материалы – это класс функциональных клеящих материалов, которые представляют собой многослойные конструкции, включающие подложку, в качестве которой используются различные материалы – например, алюминиевая фольга, стеклоткань, полимерные пленки (полиимидная, полиэтилентерефталатная, поливинилхлоридная и другие), клей с постоянной липкостью и защитную пленку. Области применения самоклеящихся материалов постоянно расширяются. Самоклеящиеся материалы на основе бумаги, пленок и картона используются в производстве всевозможных наклеек и этикеток бытового и специального назначения. Теплоизоляционные материалы с липким слоем нашли широкое применение для защиты трубопроводов от воздействия климатических факторов [1, 2].

В области функциональных самоклеящихся материалов авиационного назначения в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработаны: алюминиевые фольги с липким слоем марок ФЛС, САФ и ВСМФ-1; самоклеящийся материал марки ВСМТ на тканевой основе, который в сравнении с алюминиевыми самоклеящимися фольгами обладает улучшенной выкладываемостью на криволинейных поверхностях; защитное пленочное покрытие марки ЗППК, а также липкая негорючая лента марки ЛНГМ [3]. С использованием этих материалов разработаны технологии оперативного ремонта, направленные на устранение повреждений лакокрасочного покрытия планера самолета, а также временного ремонта агрегатов из полимерных композиционных материалов, в том числе с использованием комбинаций самоклеящихся материалов и эпоксидных клеев холодного отверждения. Применение таких технических решений в условиях эксплуатации снижает энергоемкость и трудоемкость ремонтных операций в 8–10 раз и исключает необходимость использования сложного оборудования, что повышает надежность и эффективность ремонтных процессов [4–6].

В работах [7, 8] представлена информация в области клеев с постоянной липкостью на основе натурального и синтетических каучуков растворного типа, широко используемых в качестве липкого слоя для самоклеящихся материалов, которые применяются в различных областях техники: в авиационной отрасли (алюминиевые самоклеящиеся фольги для оперативного ремонта повреждений лакокрасочных покрытий), медицине (пластыри, повязки, компрессы и другие медицинские изделия) и в быту (различные этикетки).

В качестве полимерной основы клеев с постоянной липкостью наряду с наиболее часто применяемыми натуральным и синтетическими каучуками, в том числе акриловыми эластомерами, также используются композиции с постоянной липкостью на основе стирол-блок-сополимеров: стирол-бутадиен-стирола (SBS) и стирол-изопрен-стирола (SIS), которые обеспечивают высокие эластические характеристики клеевых соединений.

В патенте [9] приведены составы липких клеев растворного типа на основе изопрен-стирольного термоэластопласта с содержанием стирола 5–7 % (здесь и далее – % (по массе)), которые дополнительно содержат следующие компоненты: агент липкости (терпенфенольная или стирол-инденовая смолы), пластификатор (диоктилфталат, вазелиновое масло, низкомолекулярный полибутадиен или эпоксицированное растительное масло) и органический растворитель (этилацетат, бензин или их смеси с метилхлоридом). В состав клея может входить также хлорированный полиизопреновый каучук.

Для улучшения характеристик предложены композиции растворного типа с постоянной липкостью, содержащие бутадиен-стирольный каучук, канифоль, эпоксидную смолу, масла и органические растворители, что обеспечивает повышенную адгезию, липкость и эластичность клея при сохранении пленкообразующих свойств [10].

Известны также клеящие материалы для наклеек и лент на основе твердых и жидких каучуков со смолами и пластифицирующими маслами, в том числе с использованием стирол-бутадиен-стирольного и стирол-бутадиенового сополимеров [11]. Такие материалы сохраняют работоспособность в диапазоне температур от -60 до $+80$ °C.

В настоящее время взамен липких клеев растворного типа все более широкое применение в различных областях промышленности находят термоплавкие клеи, чувствительные к давлению, такие как HMPSA (от английского Hot Melt Pressure Sensitive Adhesive), или клеи-расплавы с остаточной липкостью, которые после расплавления и остывания остаются постоянно липкими и способными обеспечить прочное клеевое соединение при сжатии соединяемых поверхностей под давлением.

Клеи HMPSA в сравнении с липкими клеями растворного типа имеют ряд существенных преимуществ: возможность перемещения соединяемых поверхностей относительно друг друга до их склеивания, что особенно важно при соединении криволинейных поверхностей; высокий уровень эластических характеристик; устойчивость к отслаивающим нагрузкам; высокие адгезионные свойства к различным поверхностям, в том числе к инертным материалам (полиэтилену, поливинилхлориду и многим другим); отсутствие в составе органических растворителей, что исключает открытую выдержку при склеивании, тем самым ускоряя процесс склеивания и обеспечивая экологическую безопасность применения этих материалов.

Весьма перспективным направлением исследований является возможность использования клеев HMPSA в качестве липкого слоя для создания защитных пленочных материалов, которые могут эффективно использоваться для защиты поверхности элементов конструкции самолетной техники от эрозионного износа, возникающего при длительном воздействии воды и песка в процессе эксплуатации.

Среди достаточно широкой линейки клеев HMPSA, в качестве полимерной основы в которых используются каучуки различной химической природы, внимание исследователей все больше привлекают клеи-расплавы на основе стирол-бутадиеновых сополимеров. Известно, что отличительной особенностью стирол-бутадиеновых сополимеров (SBS-сополимеров) является микрофазное разделение, при котором жесткие полистирольные блоки в составе блок-сополимера образуют физические сетки – сшивки, тогда как полибутадиеновые сегменты обеспечивают высокую эластичность и низкую температуру стеклования эластомера. Таким образом, происходит эффективное смачивание липким клеем поверхности субстрата с высоким уровнем когезионной прочности клеевого соединения при сдвиговых и отслаивающих нагрузках. Поэтому для наиболее эффективного применения SBS-сополимеров в составе расплавных клеев HMPSA разработчиками этих материалов особое внимание уделяется изучению влияния структуры, молекулярной массы и соотношения блоков в составе сополимеров на реологические характеристики и адгезионные свойства липкого клея. Важнейшими критериями оценки свойств клеев HMPSA, которые используются при разработке этих материалов, являются такие параметры, как липкость, прочность при сдвиге и отслаивании.

Существенное внимание разработчики уделяют также созданию чувствительных к давлению клеев на основе гибридных полимерных систем, таких как смеси на основе сополимера стирол-изобутилен-стирола (SIBS), в которых центральный блок полиизобутилена (PIB-блок) обеспечивает низкую проницаемость для кислорода и воды, превосходную гидрофобность и устойчивость к агрессивным средам, ультрафиолетовому облучению и температурным циклам [12], а концевые блоки полистирола (PSt-блоки) придают клею механическую жесткость и термическую стабильность в интервале температур от -60 до $+150$ °C [13].

Цель данного обзора – систематизация актуальной научной информации в области компонентного состава клеев HMPSA, выявление взаимосвязей между составом клея и физико-механическими характеристиками клеевых соединений в процессе эксплуатации.

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

Примеры составов клеевых композиций на основе стирол-бутадиеновых сополимеров

Имеется достаточно большой объем информации по рецептуре и основным свойствам полимерных композиций с постоянной липкостью, состав которых оптимизирован для достижения самого широкого спектра технологических и прочностных свойств, в том числе повышенной адгезии к различным подложкам. Например, в патенте [14] представлены составы чувствительных к давлению клеев на основе линейных триблочных стирол-бутадиеновых сополимеров и их смесей со стирол-изопреновыми сополимерами (в количестве 5–20 %), содержащих также значительную долю агентов липкости (40–65 %), изопарафиновых масел (10–30 %) и в некоторых случаях воска. Отмечается, что липкие клеи данного состава обладают высокими характеристиками статической прочности клеевых соединений при сдвиге (более 25 ч при температуре 65 °C) на полиэтиленовых и полипропиленовых подложках, что делает возможным их применение в различных сферах производства.

Как следует из патента [15], предлагается усовершенствованная композиция термоплавкого самоклеящегося материала (HMPSA), который содержит эластомерный компонент, например смесь стирол-изопреновых и стирол-бутадиеновых сополимеров, и загущающий компонент, включающий одну или несколько углеводородных смол на основе нефтяных фракций C5 и C9 с температурой размягчения 35–60 °C, которые в исходном виде представляют собой полутвердые вещества. Композиции, включающие данные смеси, характеризуются пониженной летучестью, стабильностью свойств при хранении, хорошими адгезионными свойствами к подложкам и субстратам и предназначены преимущественно для изготовления клеевых покрытий для этикеток.

В патенте [16] приведены составы термоплавких чувствительных к давлению клеев HMPSA на основе смесей стирол-изопреновых и стирол-бутадиеновых сополимеров в сочетании с углеводородными смолами в качестве агента липкости и пластификаторами (в основном гидрокарбоновыми маслами). Стирол-изопреновые сополимеры имеют структуру с содержанием стирола 10–30 % и молекулярной массой 50000–500000, а стирол-бутадиеновый сополимер – с содержанием стирола 10–40 % и аналогичной молекулярной массой. Агенты липкости представляют собой смесь двух типов углеводородных смол: одна совместима со стирол-изопреновым сополимером и содержится в количестве 20–80 %, другая – со стирол-бутадиеновым сополимером и вводится в состав клея в количестве 30–80 %, при этом используются углеводородные смолы с температурами размягчения 50–140 и 50–100 °C соответственно. Пластификаторы (ароматические, нафтенные или парафиновые масла) добавляются в состав липкого клея в количестве 0,5–25 % (предпочтительно 5–15 %) от эластомерного компонента, а антиоксиданты (например, стерически затрудненные фенолы, которые вводятся в состав клея в количестве 0,05–2 %) – для повышения стабильности материала в процессе эксплуатации. Данные композиции предназначены преимущественно для производства

упаковочных лент на основе биаксиально ориентированного полипропилена (BOPP), где клей наносится в виде сухого покрытия с поверхностной плотностью 10–40 г/см² (предпочтительно 10–30 г/см²) на пленки толщиной 25–112 мкм. Это обеспечивает совместимость с ориентированными полипропиленовыми пленками, минимизируя их деформацию и сохраняя адгезионные свойства. В патенте [16] подчеркивается, что такие адгезивы демонстрируют высокую устойчивость к сдвигу – не менее 10 ч при температуре 40 °С, и обладают удовлетворительными характеристиками, в том числе прочностью при отслаивании, петлевой липкостью (loop tack) и температурой разрушения при сдвиге, а также вязкостью при температуре 175 °С, которая варьируется от 59000 до 95000 мПа·с.

В примерах патента [16] приведены конкретные составы композиций, иллюстрирующие достигаемый баланс между реологическими и когезионными свойствами: например, при увеличении доли агентов липкости (до 50 %) клеи показывают улучшенную реологическую стабильность, но требуется оптимизация состава с целью избежать снижения когезионных свойств. Применение таких материалов позволяет не только снизить стоимость производства по сравнению с немодифицированными стирол-изопрен-сополимерными системами, но и расширить возможность использования этих материалов при производстве упаковки, этикеток и скотчей, где важны низкая вязкость состава для его переработки и высокая адгезия к полипропиленовым подложкам.

Чувствительные к давлению клеи на основе высокостирольных стирол-бутадиеновых сополимеров под торговыми марками Taipol и Vector предназначены для применения в широком спектре строительных работ в связи с эластичностью клеевых систем [17]. Благодаря высокому содержанию стирольного компонента данные материалы обеспечивают повышенные когезионную прочность, упругость и долговременную стабильность сцепления липкой ленты с субстратом.

В патенте [18] предложена клеевая композиция на основе сополимера стирол-бутадиен-стирола (SBS-сополимера) компании Kraton (Южная Корея), использование которого в сочетании с ароматической (Hikotack P-90) и алифатической (UCRP 100) смолами позволяет достичь улучшенных эксплуатационных характеристик. Ключевым фактором является использование в качестве основы клея SBS-сополимера, обеспечивающего необходимый уровень когезионной прочности и термостойкости клеевого шва. Показано, что определенное содержание этого сополимера (11–18 %) в составе клея также необходимо для обеспечения оптимального сочетания вязкости клея и прочностных характеристик клеевого соединения: недостаток SBS-сополимера в составе липкого клея снижает прочность клеевого шва, а его избыток затрудняет нанесение расплава клея на подложку. Таким образом, в патентном источнике подчеркивается решающее значение сополимеров стирол-бутадиен-стирола в формировании свойств клеев HMPSA.

В патенте [19] рассмотрены технологические подходы к созданию самоклеящихся материалов с оптимальными свойствами на основе термопластичных эластомеров – прежде всего, блок-сополимеров типа стирол-бутадиен-стирола. Указано, что решающим фактором при формировании требуемого уровня эксплуатационных свойств клеевых соединений является оптимизация состава полимерной матрицы с постоянной липкостью: варьирование содержания стирольных доменов в SBS-сополимерах позволяет управлять когезионной прочностью и деформационными характеристиками клея. Дополнительное введение в состав клея модифицирующих смол и пластификаторов обеспечивает достижение требуемого баланса между реологическими (вязкостными) характеристиками расплава клея и адгезионными характеристиками клеевого соединения, что критически

важно при расплавном методе нанесения липкого клея на подложку. Авторами патента [19] подчеркивается также влияние параметров технологического процесса нанесения расплава клея (температурного режима, скорости охлаждения, метода нанесения) на достижение оптимальной морфологии SBS-сополимера, следствием чего является повышение устойчивости к ползучести и долговечности получаемых липких лент. В патенте акцентируется внимание на выявленной авторами взаимосвязи между технологическими параметрами переработки расплава клея, формируемой при этом молекулярной структурой SBS-сополимеров и конечными адгезионными свойствами клеевого соединения («клей–подложка» и «клей–субстрат»), что подтверждает ключевое значение именно блок-сополимерной основы липкого клея в формировании эксплуатационных характеристик термопластичных клеевых соединений.

Влияние полимерной основы на адгезионные свойства клеевых композиций для самоклеящихся лент имеет приоритетное значение. В частности, в патенте [20] показано, что введение в состав липкого акрилатного клея сополимеров с оптимизированным содержанием полярных групп (например, карбоксильных) обеспечивает значительный рост контактной липкости клея и прочности клеевых соединений. Эти закономерности актуальны и для систем на основе стирол-бутадиеновых блок-сополимеров, где варьирование содержания стирольных доменов и молекулярной массы сополимерного блока позволяет регулировать баланс между когезионной прочностью клея и адгезионными свойствами клеевого соединения. Как и в случае акрилатных сополимеров, введение полярных модификаторов в состав стирол-бутадиеновой основы липкого клея способствует улучшению взаимодействия с субстратами, увеличивая исходную липкость клея и его устойчивость к отслаиванию.

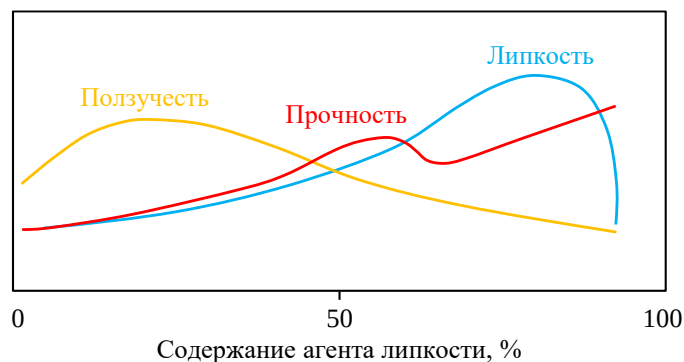
Универсальные клеевые системы на основе стирол-бутадиеновых сополимеров под торговой маркой D-серия южнокорейской компании Kraton, модифицированные различными каучуками и минеральными маслами, предназначены для бытового применения, включая этикетки, ленты и монтажные материалы. Эти составы отличаются хорошей перерабатываемостью, умеренной вязкостью и сбалансированным уровнем свойств клея – липкостью и когезионными свойствами клеевых соединений [21].

Аналогичные клеевые системы на основе стирол-этилен-бутилен-стирольного (SEBS) блок-сополимера с ароматическими C9 смолами и парафиновыми маслами демонстрируют высокие показатели адгезионной прочности (~700 Н/мм). Данные составы предназначены для атмосферостойких лент и покрытий, которые обеспечивают высокую эластичность и стойкость к атмосферным воздействиям [22].

Ряд сополимеров имеется также у южнокорейской компании Kraton под торговыми марками A-, G-, FG-серий, которые применяются в рецептурах, демонстрирующих широкую совместимость с различными типами агентов липкости. Эти составы обеспечивают баланс когезионных свойств и липкости, стабильность при хранении и переработке расплава клея, однако количественные показатели прочности при отслаивании и сдвиговой нагрузке в открытом доступе не представлены [23].

Одними из основных функциональных компонентов, применяемых в составах, чувствительных к давлению клеев HMPSA, являются агенты липкости – низкомолекулярные смолы, которые обеспечивают высокую липкость и способность быстро сцепляться с поверхностью субстрата при минимальном давлении [24].

В работе [25] представлена информация о выявленной авторами зависимости основных свойств липкого клея от количества вводимого в состав клея агента липкости (см. рисунок). Видно, что оптимальное содержание агента липкости варьируется от 50 до 70 % и обеспечивает минимальную ползучесть и максимальный уровень прочности и липкости.



Зависимость ползучести, прочности и липкости от количества агента липкости

Концентрация липких смол может существенно варьироваться в пределах 40–85 % от массы смеси, причем выбор более точного количества критически важен для обеспечения оптимальных свойств липкого клея. Наиболее распространенными агентами липкости являются гидрогенизированные и негидрогенизированные углеводородные смолы на основе нефтяных фракций C5 и C9, а также смолы на основе дидециклопентадиена [26]. Исследования показали, что совместимость таких смол с полимерной матрицей оказывает определяющее влияние на реологические характеристики, включая модуль потерь и эластичность. В частности, в работах [27, 28] отмечается, что использование гидрокарбоновых смол позволяет повысить начальную адгезию клея и обеспечить баланс между высокой смачивающей способностью липкого клея и высокой когезионной прочностью клеевых соединений на его основе.

Пластификаторы также имеют ключевое значение в рецептурах термоплавких чувствительных к давлению клеев HMPSA, обеспечивая снижение вязкости композиции и повышение гибкости адгезионного слоя, улучшая его способность к смачиванию различных поверхностей. Основными типами пластификаторов, используемых в клеях HMPSA на основе стирол-бутадиен-стирольных сополимеров, являются минеральные масла парафинового и нафтенного типа. Их содержание в композиции обычно ограничивается диапазоном от 5 до 40 %, чтобы избежать нежелательного снижения когезионной прочности и термостабильности материала. Например, в патенте [29] приводится информация об использовании парафиновых масел в количестве до 30 % для достижения оптимальной вязкости при переработке клея, что позволяет наносить клей равномерным слоем на подложки, такие как полипропиленовые пленки, без потери прочностных характеристик.

Добавление пластификаторов в состав клеев HMPSA способствует снижению температуры стеклования бутадиеновой фазы стирол-бутадиеновых сополимеров, что критически важно для улучшения адгезионных свойств, особенно к поверхностям с низкой энергией, таких как полиэтилен или полипропилен. В патенте [17] подчеркивается, что нафтенные масла (благодаря своей химической совместимости с полидиеновыми блок-сополимерами) эффективно снижают температуру стеклования до значений менее $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$, обеспечивая высокую эластичность и липкость клея при комнатной температуре. Это позволяет клею проявлять повышенные адгезионные свойства к поверхности подложки с неровностями за счет улучшенного смачивания с увеличением прочности клеевых соединений при отслаивании, измеряемую по стандарту ASTM D3330 (прочность при отслаивании под углом 180 °). Однако избыточное содержание в составе липкого клея пластификаторов (более 35–40 %) может привести к миграции масла на поверхность, что снижает стабильность клеевого соединения в процессе длительной эксплуатации.

Кроме того, отмечается влияние пластификаторов на технологические параметры в процессе переработки клеев HMPSA, в том числе снижение температуры плавления и нанесения клея на подложку. В патенте [17] также отмечается, что использование в качестве пластификатора масел с низкой молекулярной массой (200–1000 г/моль) позволяет уменьшить температуру переработки расплава клея на 10–20 °С (по сравнению с композициями, не содержащими пластификаторы), что снижает риск термической деградации полимерной матрицы. Однако необходимо строго контролировать дозировку масла, так как его избыток может вызвать нежелательное снижение когезионной прочности и вязкости клея, что приводит к увеличению склонности клея к стеканию при нанесении на вертикальные поверхности и ограничивает его применение в некоторых промышленных процессах.

Для сохранения свойств клеевых композиций при термоокислительном старении и воздействии агрессивных факторов внешней среды в состав липких клеев HMPSA вводятся антиоксиданты (например, фенольные, амины) и УФ-стабилизаторы. Их содержание в рецептурах клеев обычно находится в диапазоне от 0,2 до 3 %. Основное требование к таким добавкам – предотвращение термической деструкции и окисления полимерной матрицы и липких смол в процессе переработки расплава клея и длительной эксплуатации липкого клея. Введение антиоксидантов позволяет сохранить высокие адгезионные характеристики клеевых соединений, предотвратить увеличение вязкости клея и сохранить стабильность упругих характеристик в процессе его старения [30].

Методы нанесения клея HMPSA

Технологические преимущества расплавных клеев проявляются в первую очередь в высокой производительности линий нанесения, поскольку процесс не включает стадию сушки для удаления растворителей, что существенно сокращает общий цикл производства. Это позволяет наносить клеевой слой из расплава с высокой скоростью, обеспечивая стабильное качество покрытия при больших объемах производства.

Метод нанесения расплава через плоскощелевой экструдер (называемый в иностранных научно-технических источниках slot-die) – это одна из ключевых технологий нанесения термоплавких чувствительных к давлению клеев HMPSA на основе стирол-бутадиен-стирольных сополимеров, которая обеспечивает высокую точность и равномерность нанесения покрытия. Этот метод позволяет контролировать толщину слоя с отклонением не более $\pm 0,5$ % и перерабатывать композиции с вязкостью до 500000 мПа·с при скоростях нанесения до 100 м/мин и ширине подложки до 3000 мм, обеспечивая при этом толщину слоя клея 5–50 мкм. Применение закрытой системы подачи расплава клея минимизирует его контакт с воздухом, что снижает риск окисления и загрязнения клеевой массы и обеспечивает высокое качество покрытия. В патенте [31] описывается применение метода нанесения расплава клея на подложку через плоскощелевой экструдер в процессе производства самоклеящихся этикеток, при этом стабильность процесса достигается за счет точной регулировки давления и температуры расплава (140–180 °С), что позволяет работать с композициями на основе SBS и SIS с высокой липкостью. Однако технология требует строгого контроля чистоты оборудования и настройки параметров (таких как зазор между головкой и подложкой) для предотвращения дефектов при смене состава или ширины покрытия.

Суть использования плоскощелевого экструдера заключается в подаче расплава клея через узкую щель в дозирующей головке, которая равномерно распределяет материал по движущейся подложке. Процесс включает три главных этапа: плавление клея в экструдере, транспортировку расплава через нагреваемые шланги к дозирующей

головке и его нанесение на подложку с контролем толщины путем регулировки зазора и давления. Приведены составы липких композиций на основе стирол-бутадиеновых сополимеров и парафиновых добавок, оптимизированные для высокоскоростного нанесения. Указано, что использование гидрогенизированных смол C5 и C9, а также низковязких масел (10–15 %) позволяет снизить вязкость расплава до 20000–50000 мПа·с и обеспечить равномерное покрытие с поверхностной плотностью 15–30 г/м². Преимущество метода заключается в том, что с его помощью возможно перерабатывать высоковязкие составы без вовлечения воздуха в клеевую массу и исключить дефекты, такие как пузыри, а также обеспечить стабильные адгезионные свойства, включая прочность клеевых соединений при отслаивании и устойчивость к сдвигу.

В качестве альтернативы плоскоцелевым экструдерам применяется технология нанесения клеев HMPSA на оборудовании, оснащённом системой валов. Принцип метода заключается в передаче расплава клея с поверхности вращающегося вала на подложку при прямом контакте. Толщину покрытия регулируют с помощью механических параметров: зазором между валом и подложкой, давлением прижима и скоростью вращения. Данный метод характеризуется высокой универсальностью и применим в серийном производстве благодаря легкой перенастройке оборудования под различные рецептуры клея и типы подложек. Наиболее эффективно он используется при работе с составами низкой вязкости (до 15000 мПа·с) и обеспечивает получение равномерных покрытий с поверхностной плотностью от 16 до 1500 г/м² и скоростью нанесения до 400 м/мин. Однако при данном способе нанесения клея точность регулировки толщины покрытия уступает точности, достигаемой при использовании плоскоцелевого экструдера. Технология ограничена в применении высоковязких систем и композиций, склонных к вспениванию. При высоких скоростях нанесения существует риск вовлечения воздуха в клеевую массу, что может привести к образованию дефектов в виде пузырей и снижению адгезионных характеристик клеевого слоя.

Примером промышленной реализации вышеуказанной технологии является установка, описанная в патенте [32], в которой реализована система нанесения расплава клея с помощью дозирующего валика с контролем толщины слоя клея посредством точной регулировки давления и зазора между валиком и подложкой. Другой пример представлен в патенте [33], в котором рассматривается способ нанесения расплава клея с улучшенной стабильностью при высоких скоростях с применением терморегулируемого валика, обеспечивающего точное регулирование температуры расплава клея. Следует также отметить работу [34], в которой описан аппарат с системой предотвращения вспенивания и равномерного распределения расплава клея при нанесении на подложку на производственных линиях.

Экструзионная технология нанесения объединяет стадии плавления клея, его дозирования и нанесения в единую непрерывную линию. Расплавленный клей подается непосредственно из экструдера через дозирующую систему на подложку, что исключает промежуточные стадии переработки, снижает потери материала и увеличивает производительность. Такой подход обеспечивает стабильность технологического процесса изготовления самоклеящегося материала и возможность регулирования толщины слоев клеевого покрытия от микро- до миллиметров.

Однако отмечено, что внедрение экструзионных линий требует значительных капиталовложений в оборудование и введения строгого контроля технологических параметров – температуры расплава, вязкости клея, скорости подачи и др. Это предъявляет повышенные требования к квалификации операторов и наличию мощной технической поддержки, что необходимо учитывать при проектировании и эксплуатации линий.

Заключения

Представленный обзор научно-технической информации свидетельствует о том, что чувствительные к давлению клеи HMPSA – это современные высокоэффективные адгезионные системы, сочетающие широкий спектр эксплуатационных характеристик, высокую производственную эффективность и соответствие современным экологическим требованиям.

В данном обзоре приведены сведения о термоплавких чувствительных к давлению клеях HMPSA на основе стирол-бутадиен-стирольных блок-сополимеров, применяемых в различных отраслях, включая авиационную промышленность. Рассмотрены ключевые аспекты влияния состава, структуры и технологии переработки на реологические, адгезионные и эксплуатационные характеристики таких систем. Показано, что разработчиками самоклеящихся материалов данного типа отмечаются уникальные свойства SBS-сополимеров, обусловленные их микрофазным разделением, которое обеспечивает баланс между липкостью и когезионной прочностью клея и устойчивостью клеевых соединений «клей–подложка», «клей–субстрат» к внешним воздействиям в процессе эксплуатации.

Дальнейшее развитие научного направления в области создания чувствительных к давлению клеев HMPSA связано с созданием экологически безопасных составов, улучшением их адгезионных и когезионных характеристик применительно к специфическим техническим требованиям высокотехнологичных отраслей, включая авиацию, медицину и строительство. Перспективы исследований в данной области заключаются в разработке новых функционализированных полимерных липких систем и совершенствовании методов их переработки из расплава для достижения оптимального баланса технологических и прочностных свойств и повышения долговечности клеевых соединений при эксплуатации.

Список источников

1. Зуев А.В., Заричняк Ю.П., Баринов Д.Я., Краснов Л.Л. Исследование теплофизических свойств гибкого теплоизоляционного материала // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 119–126. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 07.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-119-126.
2. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата (обзор). Часть 1. Связующие // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
3. 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.
4. Лукина Н.Ф., Стародубцева О.А., Шарова И.А. Свойства и назначение самоклеящихся материалов авиационного назначения // Новости материаловедения. Наука и техника. 2016. № 4 (22). С. 88–100. URL: www.materialsnews.ru (дата обращения: 05.09.2025).
5. Ахмадиева К.Р., Петрова А.П., Шошева А.Л., Боков В.В. Теплостойкий полиимидный клей конструкционного назначения // Труды ВИАМ. 2023. № 6 (124). С. 15–24. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-15-24.
6. Чайкун А.М., Боброва И.И., Герасимов Д.М., Сергеев А.В. Эластомеры для герметизирующих жгутовых материалов: свойства, методы получения и особенности изготовления // Труды ВИАМ. 2023. № 7 (125). С. 56–68. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 07.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-56-68.

7. Козлов И.А., Исаев А.Ю., Лукина Н.Ф., Алехин А.К., Стародубцева О.А. Клеи с постоянной липкостью, клеи чувствительные к давлению, самоклеящиеся материалы. Современное состояние вопроса. Часть 1 // Клеи. Герметики. Технологии. 2024. № 10. С. 19–28. DOI: 10.31044/1813-7008-2024-0-10-19-28.
8. Козлов И.А., Исаев А.Ю., Лукина Н.Ф., Алехин А.К., Стародубцева О.А. Клеи с постоянной липкостью, клеи чувствительные к давлению, самоклеящиеся материалы. Современное состояние вопроса. Часть 2 // Клеи. Герметики. Технологии. 2024. № 11. С. 16–26. DOI: 10.31044/1813-7008-2024-0-11-16-26.
9. Клеевая композиция и самоклеящийся материал на ее основе: пат. 2346970 Рос. Федерация; заявл. 08.11.07; опубл. 20.02.09.
10. Селина А.Ю., Люсова Л.Р. Натуральный каучук в клеях с «постоянной» липкостью // Клеи. Герметики. Технологии. 2012. № 3. С. 13–16.
11. Клей для липких лент: пат. 2185411 Рос. Федерация; заявл. 13.12.00; опубл. 20.07.02.
12. Maltanova H. Polymer coatings of polystyrene (PSt), polyisobutylene (PIB) and tri block copolymer SIBS on MXene films // Coatings. 2022. Vol. 12. P. 1477.
13. Mnyango J.I., Nyoni B., Mama N. et al. Polybutene, polyisobutylene, and beyond: a comprehensive review of synthesis to sustainability // Materials Advances. 2025. Is. 16. P. 5339–5390.
14. Polymeric composition containing a hydrogenated block copolymer and tackifier resin: pat. US7442739B1; appl. 11.01.07; publ. 28.10.08.
15. Hot melt pressure sensitive adhesive composition with intermediate softening point: pat. DE69937111T2; appl. 15.07.99; publ. 12.06.08.
16. Hot melt pressure sensitive adhesive composition: pat. US6384138B1; appl. 02.09.99; publ. 07.05.02.
17. High styrene SBS hot melt adhesive: pat. US8163824B2; appl. 22.04.10; publ. 24.04.12.
18. Клеевая композиция: пат. 2593604 Рос. Федерация; заявл. 03.02.15; опубл. 10.08.16.
19. Чувствительные к давлению клеи: пат. 2208030 Рос. Федерация; заявл. 18.06.96; опубл. 10.07.03.
20. Клеевая композиция для изготовления самоклеящейся ленты: пат. 2466166 Рос. Федерация; заявл. 22.06.09; опубл. 10.11.12.
21. D-серия сополимеров для HMPSA // Kraton Polymers. URL: <https://kraton.com/products/kraton-d/> (дата обращения: 07.07.2025).
22. SEBS tape adhesives by Kraton // SpecialChem. URL: <https://www.specialchem.com/adhesives/product/kraton-kraton-d1118-et> (дата обращения: 04.07.2025).
23. Polymers guide 2024. Kraton A, G, FG series for adhesive applications // Kraton Polymers. URL: <https://kraton.com/products> (дата обращения: 02.07.2025).
24. Kennedy J.E., Higginbotham C.L. Synthesis and Characterisation of Styrene Butadiene Styrene Based Grafted Copolymers for Use in Potential Biomedical Applications // Bio-medical Engineering: Trends in Materials Science. Rijeka: InTech, 2011. P. 475–498. DOI: 10.5772/13051.
25. Ilyin S.O., Melekhina V.Y., Kostyuk A.V., Smirnova N.M. Hot-melt and pressure-sensitive adhesives based on styreneisoprene-styrene triblock copolymer, asphaltene/resin blend and naphthenic oil // Polymers. 2022. Vol. 14. P. 4296. DOI: 10.3390/polym14204296.
26. O'Connor A.E., Macosko C.W. Melt versus solvent coating: structure and properties of block-copolymer-based // Journal of Applied Polymer Science. 2002. Vol. 86 (13). P. 3355–3367.
27. Mazzeo F.A. Characterization of Pressure Sensitive Adhesives by Rheology // TA Instruments Report RH082. 2002. No. 1. P. 12.
28. Hot-melt pressure-sensitive adhesive composition: pat. EP 4368682 A1; appl. 10.11.22; publ. 15.05.2024.
29. Modified epoxy resin film for RFI molding process and preparation method thereof: pat. 101735573 CN; appl. 12.03.09; publ. 30.05.12.
30. A kind of hot-fusible pressure-sensitive adhesive and preparation method thereof: pat. CN 103694934 A; appl. 09.12.13; publ. 02.04.14.
31. Hot melt pressure sensitive adhesives for paper labels: pat. WO2008077509A1; appl. 12.04.07; publ. 03.07.08.

32. Methods for producing silicon nitride films and silicon oxynitride films by thermal chemical vapor deposition: pat. US7192626B2; appl. 24.09.03; publ. 20.03.07.
33. Process and apparatus for the conversion of sludges: pat. US5865956A; appl. 23.04.98; publ. 02.02.99.
34. Sherriff M.W. Peel adhesion and viscoelasticity of rubber–resin blends // *Journal of Applied Polymer Science*. 1980. Vol. 18. P. 2597–2608.

References

1. Zuev A.V., Zarichnyak Yu.P., Barinov D.Ya., Krasnov L.L. Measurement of thermophysical properties of flexible thermal insulation. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 119–126. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 07, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-119-126.
2. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
3. *Aviation Materials: a Handbook in 13 vols.* Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2019, vol. 10: Adhesives, Sealants, Rubbers, Hydraulic Fluids, part 1: Adhesives, Adhesive Prepregs, 276 p.
4. Lukina N.F., Starodubtseva O.A., Sharova I.A. Properties and Purpose of Self-Adhesive Materials for Aviation Purposes. *Novosti materialovedeniya. Nauka i tekhnika*, 2016, no. 4 (22), pp. 88–100. URL: www.materialsnews.ru (accessed: September 05, 2025).
5. Akhmadieva K.R., Petrova A.P., Shosheva A.L., Bokov V.V. Heat-resistant polyimide adhesive of constructive purposes. *Trudy VIAM*, 2023, no. 6 (124), pp. 15–24. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 07, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-6-15-24.
6. Chaykun A.M., Bobrova I.I., Gerasimov D.M., Sergeyev A.V. Elastomers for sealing harness materials: properties, methods of receiving and feature of manufacturing. *Trudy VIAM*, 2023, no. 7 (125), pp. 56–68. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 07, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-7-56-68.
7. Kozlov I.A., Isaev A.Yu., Lukina N.F., Alekhine A.K., Starodubtseva O.A. Adhesives with permanent tack, pressure-sensitive adhesives, self-adhesive materials. Current state of the art. Part 1. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2024, no. 10, pp. 19–28. DOI: 10.31044/1813-7008-2024-0-10-19-28.
8. Kozlov I.A., Isaev A.Yu., Lukina N.F., Alekhine A.K., Starodubtseva O.A. Adhesives with permanent tack, pressure-sensitive adhesives, self-adhesive materials. Current state of the art. Part 2. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2024, no. 11, pp. 16–26. DOI: 10.31044/1813-7008-2024-0-11-16-26.
9. *Adhesive composition and self-adhesive material based on it*: pat. 2346970 Rus. Federation; appl. 08.11.07; publ. 20.02.09.
10. Selina A.Yu., Lyusova L.R. Natural rubber in adhesives with «permanent» tack. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2012, no. 3, pp. 13–16.
11. *Adhesive for adhesive tapes*: pat. 2185411 Rus. Federation; appl. 13.12.00; publ. 20.07.02.
12. Maltanova H. Polymer coatings of polystyrene (PSt), polyisobutylene (PIB) and tri block copolymer SIBS on MXene films. *Coatings*, 2022, vol. 12, p. 1477.
13. Mnyango J.I., Nyoni B., Mama N. et al. Polybutene, polyisobutylene, and beyond: a comprehensive review of synthesis to sustainability. *Materials Advances*, 2025, is. 16, pp. 5339–5390.
14. *Polymeric composition containing a hydrogenated block copolymer and tackifier resin*: pat. US7442739B1; appl. 11.01.07; publ. 28.10.08.
15. *Hot melt pressure sensitive adhesive composition with intermediate softening point*: pat. DE69937111T2; appl. 15.07.99; publ. 12.06.08.
16. *Hot melt pressure sensitive adhesive composition*: pat. US6384138B1; appl. 02.09.99; publ. 07.05.02.
17. *High styrene SBS hot melt adhesive*: pat. US8163824B2; appl. 22.04.10; publ. 24.04.12.

18. *Adhesive composition*: pat. 2593604 Rus. Federation; appl. 03.02.15; publ. 10.08.16.
19. *Pressure-sensitive adhesives*: pat. 2208030 Rus. Federation; appl. 18.06.96; publ. 10.07.03.
20. *Adhesive composition for the manufacture of self-adhesive tape*: pat. 2466166 Rus. Federation; appl. 22.06.09; publ. 10.11.12.
21. *D-series copolymers for HMPSA by Kraton*. Available at: <https://kraton.com/products/kraton-d/> (accessed: July 07, 2025).
22. *SEBS tape adhesives by Kraton*. Available at: <https://www.specialchem.com/adhesives/product/kraton-kraton-d1118-et> (accessed: July 04, 2025).
23. *Polymers guide 2024. Kraton A, G, FG series for adhesive applications*. Available at: <https://kraton.com/products> (accessed: July 02, 2025).
24. Kennedy J.E., Higginbotham C.L. Synthesis and Characterisation of Styrene Butadiene Styrene Based Grafted Copolymers for Use in Potential Biomedical Applications. *Bio-medical Engineering: Trends in Materials Science*. Rijeka: InTech, 2011, pp. 475–498. DOI: 10.5772/13051.
25. Ilyin S.O., Melekhina V.Y., Kostyuk A.V., Smirnova N.M. Hot-melt and pressure-sensitive adhesives based on styreneisoprene-styrene triblock copolymer, asphaltene/resin blend and naphthenic oil. *Polymers*, 2022, vol. 14, p. 4296. DOI: 10.3390/polym14204296.
26. O'Connor A.E., Macosko C.W. Melt versus solvent coating: structure and properties of block-copolymer-based. *Journal of Applied Polymer Science*, 2002, vol. 86 (13), pp. 3355–3367.
27. Mazzeo F.A. Characterization of Pressure Sensitive Adhesives by Rheology. *TA Instruments Report RH082*, 2002, no. 1, p. 12.
28. *Hot-melt pressure-sensitive adhesive composition*: pat. EP 4368682 A1; appl. 10.11.22; publ. 15.05.24.
29. *Modified epoxy resin film for RFI molding process and preparation method thereof*: pat. 101735573 CN; appl. 12.03.09; publ. 30.05.12.
30. *A kind of hot-fusible pressure-sensitive adhesive and preparation method thereof*: pat. CN 103694934 A; appl. 09.12.13; publ. 02.04.14.
31. *Hot melt pressure sensitive adhesives for paper labels*: pat. WO2008077509A1; appl. 12.04.07; publ. 03.07.08.
32. *Methods for producing silicon nitride films and silicon oxynitride films by thermal chemical vapor deposition*: pat. US7192626B2; appl. 24.09.03; publ. 20.03.07.
33. *Process and apparatus for the conversion of sludges*: pat. US5865956A; appl. 23.04.98; publ. 02.02.99.
34. Sherriff M.W. Peel adhesion and viscoelasticity of rubber–resin blends. *Journal of Applied Polymer Science*, 1980, vol. 18, pp. 2597–2608.

Информация об авторах

Дубровин Илья Михайлович, техник 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

Ilya M. Dubrovin, Second Category Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Elizaveta N. Manzhosova, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Alexey Yu. Isayev, Deputy Head of Laboratory for 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

Статья поступила в редакцию 11.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 24.11.2025.
The article was submitted 11.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 24.11.2025.

Научная статья

УДК 666.3

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-55-74

АДДИТИВНОЕ ПОЛУЧЕНИЕ АЛЮМООКСИДНОЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ ЦИФРОВОЙ ОБРАБОТКИ СВЕТОМ

А.В. Бутузов¹, Ю.Е. Лебедева¹, Е.А. Серкова¹, А.В. Семина¹,
Е.В. Долгова¹, М.В. Турченко¹, Е.В. Куршев¹

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

Аннотация. Рассмотрены возможности применения метода цифровой обработки светом (DLP) для получения керамических изделий из алюмооксидной керамики. Разработана стабильная высоконаполненная фотоотверждаемая керамическая суспензия на основе оксида алюминия. Показана возможность изготовления методом DLP сложно-профильных изделий из алюмооксидной керамики со свойствами на уровне лучших аналогов конструкционного назначения, получаемых традиционными методами (плотность 3,5–3,8 г/см³, прочность при изгибе 142–223 МПа, коэффициент интенсивности напряжений 5,9 МПа√м), а также изделий из пористой керамики.

Ключевые слова: оксид алюминия, фотоотверждаемые керамические суспензии, аддитивные технологии, цифровая обработка светом, плотная керамика, пористая керамика

Для цитирования: Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Серкова Е.А., Семина А.В., Долгова Е.В., Турченко М.В., Куршев Е.В. Аддитивное получение алюмооксидной керамики методом цифровой обработки светом // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 55–74. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-55-74.

Scientific article

ADDITIVE PRODUCTION OF ALUMINA CERAMIC BY DIGITAL LIGHT PROCESSING

A.V. Butuzov¹, Yu.E. Lebedeva¹, E.A. Serkova¹, A.V. Semina¹,
E.V. Dolgova¹, M.V. Turchenko¹, E.V. Kurshev¹

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 discusses the possibilities of using the DLP method to produce ceramic products from alumina ceramic. A stable highly filled photo-curable ceramic slurry based on aluminum oxide has been developed, which makes it possible to obtain complex ceramic products made of alumina by the DLP method with properties at the level of the best structural analogues obtained by traditional methods: density 3.5–3.8 g/cm³, bending strength 142–223 MPa, stress intensity coefficient pressure is 5.9 MPa√m, as well as products made of porous ceramics.

Keywords: aluminum oxide, photo-curable ceramic slurry, additive technologies, digital light processing, dense ceramic, porous ceramic

For citation: Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Serkova E.A., Semina A.V., Dolgova E.V., Turchenko M.V., Kurshev E.V. Additive production of alumina ceramic by digital light processing. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 55–74. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-55-74.

Введение

Современное материаловедение сталкивается с постоянной необходимостью создания сложных керамических изделий, обладающих высокими физико-механическими характеристиками и отвечающих требованиям разных отраслей промышленности, в том числе авиационной [1–3]. Традиционные методы производства керамических материалов, такие как горячее прессование, холодное изостатическое прессование, экструзия, литье под давлением и др., хоть и хорошо себя зарекомендовали, однако требуют сложной механической обработки. Керамическим материалам свойственны высокая твердость и хрупкость, поэтому изготовление сложнопрофильных изделий становится чрезвычайно трудоемким и дорогостоящим процессом, требующим использования специального оборудования и высококвалифицированного персонала [4].

Одним из возможных путей решения данной проблемы является использование технологий аддитивного производства [5–8]. Данные технологии позволяют создавать керамические изделия с высоким уровнем физико-механических свойств практически любой формы и сложности, минуя необходимость в сложной и длительной последующей механической обработке. Преимущества аддитивных технологий открывают совершенно новые возможности для инженеров-конструкторов, предоставляя им свободу в создании керамических изделий с невероятно сложной геометрической конфигурацией не только во внешнем, но и во внутреннем исполнении. Одним из наиболее важных преимуществ аддитивного производства керамических изделий является максимально приближенный к единице коэффициент использования материала. В отличие от традиционных методов, где значительная часть сырья теряется в процессе производства, аддитивные технологии минимизируют отходы и являются экономически выгодными, особенно при работе с дорогостоящими и редкими материалами. Процесс производства керамического изделия также существенно ускоряется, поскольку исчезает необходимость в создании и использовании дорогостоящих литейных форм и форм для прессования, которые требуют значительных временных и материальных затрат. При этом быстрая и несложная корректировка проекта изделия, изменение его размеров и формы легко реализуются в рамках аддитивных технологий [9–11].

Следует отметить еще одну важнейшую составляющую аддитивного производства керамических материалов – выбор исходного керамического порошка. Его гранулометрический состав, физико-химические свойства, морфология напрямую влияют на качество конечного керамического изделия, определяя его прочность, теплопроводность, шероховатость и многие другие свойства. Даже незначительные отклонения состава керамического порошка могут привести к существенным изменениям характеристик готовой детали. Керамические изделия, созданные с помощью аддитивных технологий, находят применение в передовых областях науки и техники, где предъявляют высочайшие требования к характеристикам материалов. Авиастроение и биомедицина являются яркими примерами данного подхода. Например, аддитивные технологии используются для создания высокоточных керамических стержней для литья охлаждаемых лопаток газотурбинных двигателей или керамических имплантов со сложной геометрической формой, точно соответствующих анатомическим особенностям пациента [12–15].

Среди современных технологий аддитивного производства метод цифровой обработки светом (Digital Light Processing – DLP) выделяется как один из наиболее передовых и перспективных подходов, обеспечивающих исключительную точность и широкий спектр возможностей для изготовления керамических материалов [16–18]. Комплексный процесс производства керамических изделий с помощью технологии DLP включает несколько последовательных этапов, каждый из которых критически важен

(рис. 1): 3D-печать полимерно-керамического изделия, постобработка полимерно-керамического изделия, термическое удаление отвержденного полимерного связующего, спекание керамики. В основе метода DLP лежит принцип послойного построения трехмерной модели путем селективного отверждения фотоотверждаемой керамической суспензии под действием ультрафиолетового (УФ) источника света.

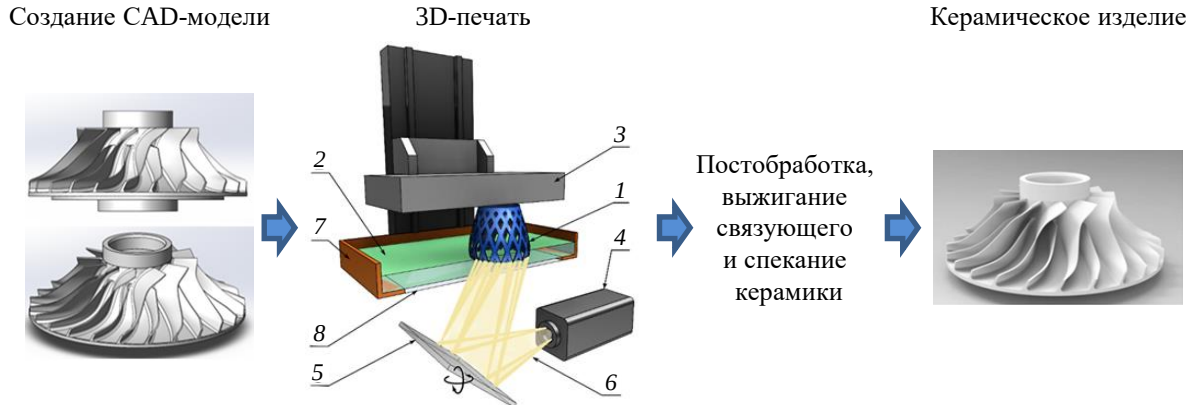


Рис. 1. Схема полного цикла аддитивного производства изделия из керамики по технологии цифровой обработки светом: 1 – печатаемое полимерно-керамическое изделие; 2 – фотоотверждаемая керамическая суспензия; 3 – платформа построения; 4 – проектор; 5 – цифровое мультимедийное устройство; 6 – световой поток; 7 – ванна; 8 – фторэтиленпропиленовая пленка

Высоконаполненная фотоотверждаемая керамическая суспензия для технологии DLP представляет собой тщательно подобранную композицию, состоящую из фотоотверждаемого полимерного связующего и керамического порошка (Al_2O_3 , BaTiO_3 , $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, AlN , ZrO_2 , Y_2O_3 и др.) с частицами определенной фракции и формы. Объемная доля керамического порошка в составе суспензии имеет критически важное значение, влияет на стабильность процесса печати и определяет качество конечного керамического изделия [19–24]. Так, объемная доля керамического порошка напрямую влияет на реологические характеристики изготавливаемой фотоотверждаемой керамической суспензии, такие как вязкость, предел текучести, псевдопластичные, дилатантные, тиксотропные и реопексные свойства. Очень высокая концентрация частиц керамического порошка может привести к слишком вязкой для технологии DLP суспензии, а очень низкая – к чрезмерной усадке, дефектам и низкой плотности керамического изделия.

Технология DLP отличается высоким качеством и точностью печати, что является одним из ее ключевых преимуществ. Однако, несмотря на многочисленные достоинства данной технологии, имеются и определенные ограничения. Одним из таких существенных недостатков является то, что керамические порошки должны обладать определенными значениями светопропускания, светотражения и светорассеяния [23].

Фотоотверждаемое полимерное связующее, выступающее в качестве дисперсионной среды, отвечает за процесс послойного отверждения керамической суспензии. В качестве активных ингредиентов такого связующего выступают фотополимеры и фотоинициаторы. Фотополимеры – общее название группы высокомолекулярных соединений, обладающих способностью к фотополимеризации, т. е. способных отверждаться – менять физическое состояние, переходя из жидкости в твердое тело под действием светового облучения. В качестве таких фотополимеров используются мономеры и/или олигомеры с ненасыщенными углерод-углеродными ($-\text{C}=\text{C}-$) связями в молекуле (чаще винильные и акрилатные/метакрилатные), а также гетероциклические соединения с напряженными циклами (чаще эпоксидными). Отверждение фотополимеров происходит без выделения побочных продуктов, при этом существенно меняются прочностные

и стойкостные характеристики материала. Международная практика показала, что для получения фотоотверждаемых высоконаполненных керамических суспензий необходимо использовать в качестве фотополимеров соединения акриловых и метакриловых мономеров и олигомеров [16–35]. Данный выбор обусловлен тем, что они обладают рядом преимуществ перед эпоксидными и полиэфирными соединениями, такими как высокая реакционная способность, низкая вязкость, хорошая механическая прочность, а также невысокое содержание коксового остатка после процесса пиролиза [26–28]. При выборе иницирующих фотополимеризацию добавок важным аспектом является природа выбранных фотополимеров и длина волны источника светового излучения. Для отверждения фотополимерной основы, состоящей из акрилатных мономеров и олигомеров, обычно используют фотоинициаторы I типа по классификации Норриша [36], предназначенные для полимеризации по радикальному механизму. В зависимости от источника излучения из фотоинициаторов I типа выбирают только те высокоэффективные УФ-отверждающие агенты, которые обладают наибольшей абсорбционной способностью при заданной технологическим оборудованием длине волны [16, 17, 26–28]. С целью повышения седиментационной стабильности и получения наиболее высоконаполненных керамических суспензий в фотоотверждаемое полимерное связующее, как правило, добавляют смачивающе-диспергирующие добавки, обладающие стерическим эффектом [26].

В современном мире материалы на основе оксида алюминия являются одними из наиболее перспективных и распространенных для изготовления сложнопрофильных изделий методом DLP [37–40]. Из них получают изделия вакуумплотной керамики, изоляторы, подложки для микроэлектроники, тонкостенные сложнопрофильные керамические стержни для литья охлаждаемых лопаток газотурбинных двигателей и др. Вследствие комплекса высоких физико-механических, теплоизоляционных и электрических свойств, хорошей термостойкости, отличной коррозионной стойкости и биосовместимости [41, 42] корундовая керамика приобрела широкое распространение в самых разных областях промышленности, особенно в аэрокосмической, электротехнической, биоинженерной, стоматологической и др. [43–46].

В НИЦ «Курчатовский институт – ВИАМ» разработаны высоконаполненная фотоотверждаемая керамическая суспензия на основе оксида алюминия и технология получения из нее алюмооксидной керамики методом DLP.

Материалы и методы

В качестве исходных компонентов для получения высоконаполненной фотоотверждаемой керамической суспензии использовали порошок оксида алюминия и фотоотверждаемое полимерное связующее марки ВС-82(Н) на основе (мет)акрилатных мономеров и олигомеров, фотоинициаторов и смачивающе-диспергирующих добавок. Микроструктура и дифрактограмма исходного порошка Al_2O_3 показаны на рис. 2 и 3. Фотоотверждаемые керамические суспензии изготавливали путем смешивания связующего марки ВС-82(Н) и оксида алюминия в орбитально-планетарном смесителе. Содержание дисперсной фазы в составах суспензий варьировали от 28,4 до 60,0 % (объемн.).

Реологические исследования фотоотверждаемых керамических суспензий проводили на реометре в рабочем узле «плоскость–плоскость» в соответствии с ГОСТ 25276–82 при температуре 25 ± 1 °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 составлял 1 мм.

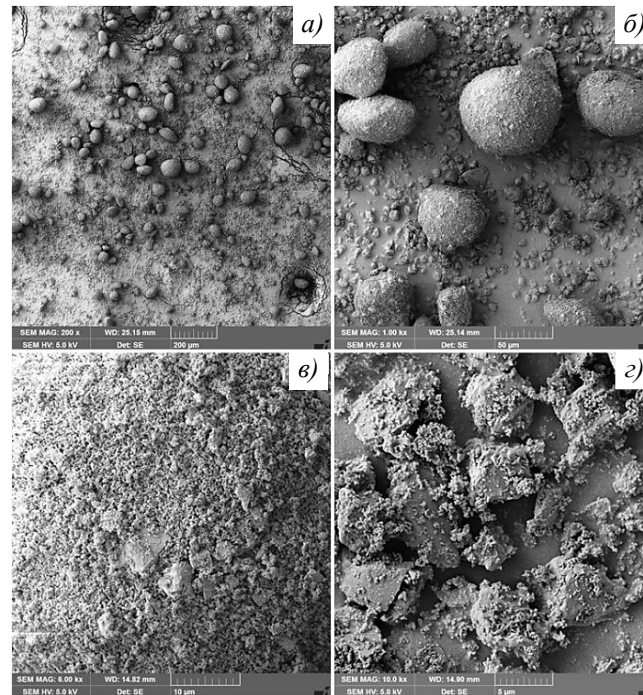


Рис. 2. Структура исходного порошка оксида алюминия при увеличениях $\times 200$ (а), $\times 1000$ (б), $\times 6000$ (в) и $\times 10000$ (г)

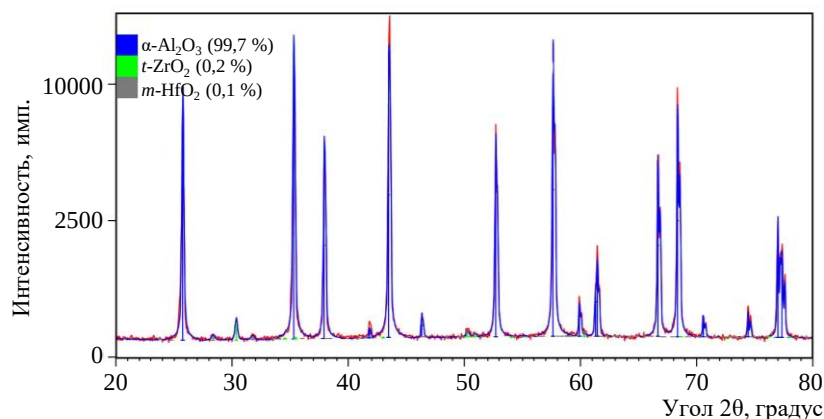


Рис. 3. Дифрактограмма исходного порошка оксида алюминия в $\text{Cu } K_\alpha$ -излучении

Массовую долю керамического порошка в керамической суспензии определяли в соответствии с ГОСТ 27184–86 после прокаливании в электрической печи при температуре $600 \pm 10^\circ\text{C}$ с выдержкой 3 ч.

Микроструктурные исследования проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа в режиме вторичных электронов при увеличениях от $\times 200$ до $\times 10000$ (для порошка оксида алюминия) и от $\times 500$ до $\times 20000$ (для образцов деталей).

Термогравиметрический анализ проводили с использованием синхронного термического анализатора в атмосфере воздуха (100 мл/мин) с обычной калибровкой (In, Sn, Bi, Zn, CsCl) и скоростью нагревания 10 К/мин в диапазоне $20\text{--}700^\circ\text{C}$.

Плотность образцов определяли методом гидростатического взвешивания по ГОСТ 2409–2014. Прочность при трехточечном изгибе определяли на образцах размером $4 \times 50 \times 12$ мм. Твердость и трещиностойкость определяли на микротвердомере при нагрузке 5 кг. Температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР) определяли на dilatометре в интервале температур $20\text{--}1600^\circ\text{C}$.

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

Результаты и обсуждение

На основе порошка оксида алюминия и фотоотверждаемого полимерного связующего изготовлены образцы фотоотверждаемых керамических суспензий с различной долей частиц (от 28,4 до 60,0 % (объемн.)) и определены их реологические свойства. Фотоотверждаемые керамические суспензии исследовали на ротационном вискозиметре в интервале скоростей сдвига $0\text{--}100\text{ с}^{-1}$ при температуре $25\text{ }^{\circ}\text{C}$. Полученные результаты представлены на рис. 4.

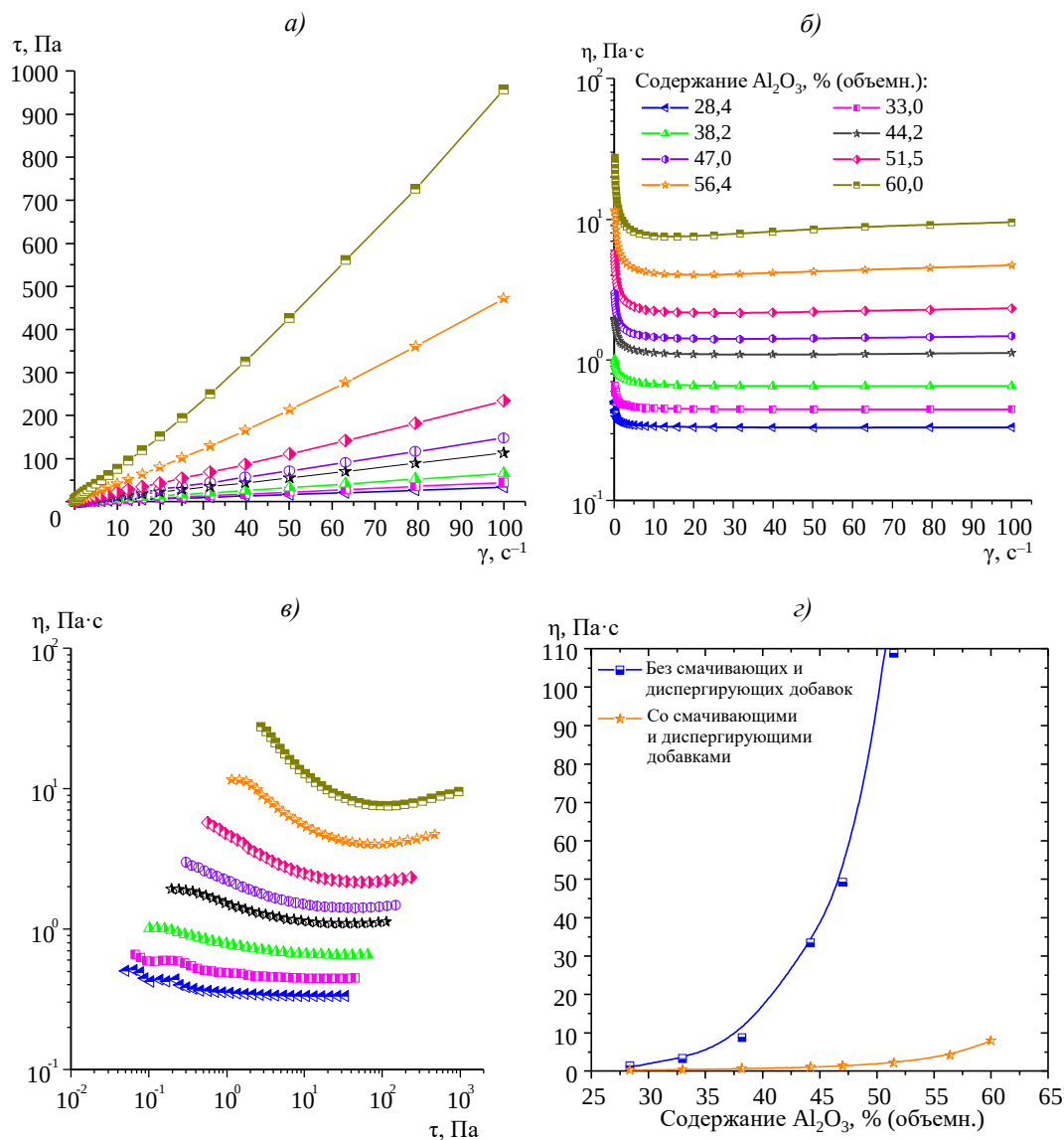


Рис. 4. Зависимости напряжения τ от скорости сдвига γ (а) и динамической вязкости η от скорости сдвига γ (б), напряжения сдвига τ (в) и объемной доли частиц оксида алюминия при скорости сдвига 30 с^{-1} (г) для фотоотверждаемых керамических суспензий

Фотоотверждаемое связующее, выступающее в качестве дисперсионной среды, проявляет ньютоновский характер течения при сдвиге, при этом высоконаполненные

керамические суспензии на его основе обладают неньютоновским поведением из-за частиц оксида алюминия, выступающих в качестве дисперсной фазы. Из-за многофазности, характерной для высоконаполненных керамических суспензий, на их реологическое поведение влияют свойства дисперсионной среды, дисперсной фазы и взаимодействия между ними. Полученные фотоотверждаемые керамические суспензии обладают реологическим поведением с характерным «разжижением» при сдвиге (рис. 4, *а–в*). 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 воздействии сдвига.

Для наглядного представления влияния смачивающе-диспергирующих добавок, входящих в состав фотоотверждаемого полимерного связующего, по зависимостям вязкости суспензий (при скорости сдвига 30 с^{-1}) от содержания керамических частиц построен график, представленный на рис. 4, *г*. Для керамических суспензий, не содержащих смачивающе-диспергирующих добавок, 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. При этом можно отметить, что подобранная система смачивающе-диспергирующих добавок в составе фотоотверждаемого связующего позволила получить фотоотверждаемые керамические суспензии с высокой седиментационной стабильностью и содержанием частиц Al_2O_3 на 22 % (объемн.) больше при том же значении вязкости, чем без ее использования.

Таким образом, для дальнейшего исследования выбрана фотоотверждаемая керамическая суспензия с низкой вязкостью, содержащая 51,5 % (объемн.) частиц Al_2O_3 , что позволило использовать ее на DLP-принтере, предназначенном для печати фотополимерными смолами. Внешний вид фотоотверждаемой керамической суспензии с содержанием 51,5 % (объемн.) частиц Al_2O_3 представлен на рис. 5.



Рис. 5. Высоконаполненная фотоотверждаемая керамическая суспензия на основе оксида алюминия (51,5 % (объемн.))

С целью снижения вязкости фотоотверждаемой керамической суспензии проведены исследования по определению влияния температуры на реологическое поведение. На основании проведенного реологического анализа фотоотверждаемой керамической суспензии, содержащей 51,5 % (объемн.) Al_2O_3 , построены графики зависимостей вязкости и течения (рис. 6, *а–в*). Реологическое поведение полученных суспензий хорошо описывается с помощью модели Гершеля–Балкли:

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n, \quad (1)$$

где τ – напряжение сдвига; τ_0 – предел текучести; K – показатель консистенции; $\dot{\gamma}$ – скорость сдвига; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения.

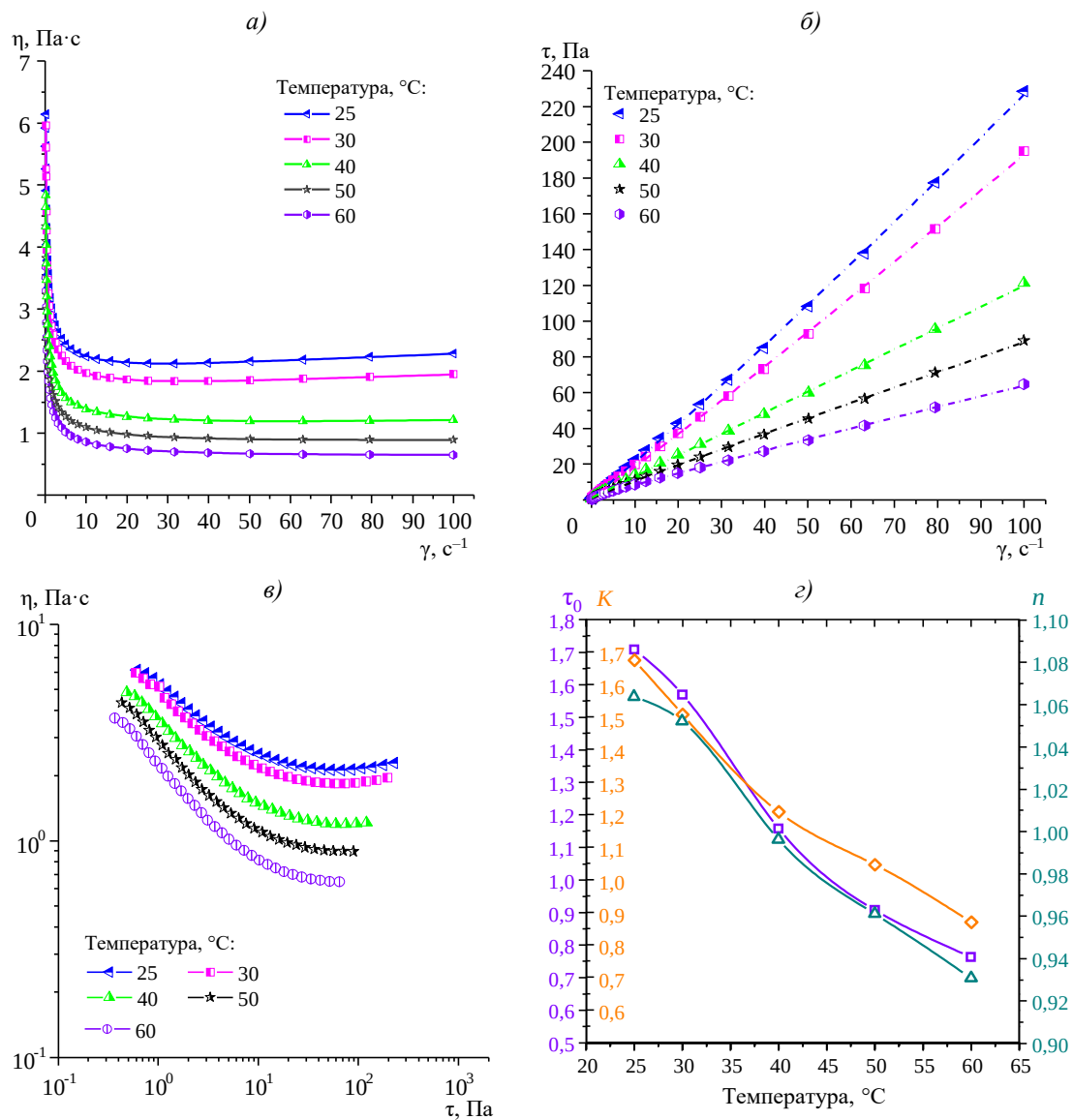


Рис. 6. Влияние температуры на реологическое поведение фотоотверждаемой керамической суспензии, содержащей 51,5 % (объемн.) Al_2O_3 : а – зависимости динамической вязкости η от скорости сдвига $\dot{\gamma}$; б – зависимости напряжения τ от скорости сдвига $\dot{\gamma}$ (пунктирными линиями показана аппроксимация с использованием модели Гершеля–Балкли); в – зависимости динамической вязкости η от напряжения сдвига τ ; г – зависимости параметров модели Гершеля–Балкли от температуры (τ_0 – предел текучести, K – показатель консистенции, n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения)

Высокое значение коэффициента детерминации ($R^2 \geq 0,9995$) свидетельствует о хорошей сходимости экспериментальных данных с расчетными (табл. 1). На основе полученных значений параметров модели построены графики их зависимости от температуры (рис. 6, г). С увеличением температуры происходит уменьшение значений показателей K , n , τ_0 . Таким образом, можно сделать вывод, что с увеличением температуры

не только уменьшается вязкость фотоотверждаемой керамической суспензии, но также изменяется ее реологическое поведение от дилатантного до вязкопластичного течения (в диапазоне скоростей сдвига от 0 до 100 с^{-1}), а также снижается прочность начальной структуры.

Таблица 1

**Влияние температуры на параметры модели Гершеля–Балкли
фотоотверждаемой керамической суспензии**

Параметры	Значения параметров при температуре, °C				
	25	30	40	50	60
τ_0	1,7085	1,5699	1,1576	0,9079	0,7632
K	1,6742	1,5070	1,2072	1,0448	0,8684
n	1,0637	1,0521	0,9962	0,9612	0,9308
R^2	0,9995	0,9995	0,9995	0,9997	0,9997
Примечание. τ_0 – предел текучести; K – показатель консистенции; n – индекс течения, который показывает степень отклонения от ньютоновского поведения; R^2 – коэффициент детерминации.					

Для выбора параметров режима печати полимерно-керамической детали осуществляли следующие действия. На стекле в области воздействия источника УФ-излучения DLP-принтера размещали прозрачную фторэтиленпропиленовую пленку и наносили на нее ~1 мл керамической суспензии для достижения толщины слоя, превышающей максимально возможную глубину отверждения (700–900 мкм). Затем проводили отверждение под действием УФ-излучения с длиной волны 405 нм в течение 3–60 с (рис. 7, а). Полученный в результате воздействия слой полимеризованного материала очищали от остатков непрореагировавшей жидкой суспензии, после чего проводили замер толщины полученных пленок с помощью микрометра типа МКЦ с шагом дискретности 0,001 мм (рис. 7, б). Параметры печати выбирали, анализируя зависимость глубины полимеризации керамической суспензии от дозы излучения. График полученной зависимости строили в полулогарифмических координатах (рис. 8) и аппроксимировали уравнением, которое Якобс вывел из уравнения Бера–Ламберта:

$$C_D = D_p \ln(E/E_c), \quad (2)$$

где C_D – глубина фотополимеризации; D_p – фоточувствительность керамической суспензии; E – энергия воздействия УФ-источника излучения; E_c – критическая (минимальная) величина энергии воздействия лазера УФ-источника излучения, необходимая для фотополимеризации экспериментального образца фотоотверждаемой керамической суспензии.

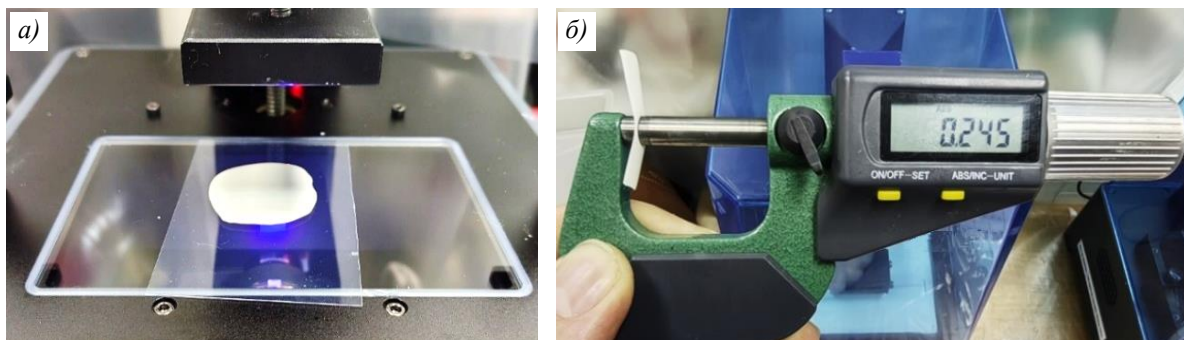


Рис. 7. Процесс определения глубины отверждения C_D : а – отверждение керамической суспензии; б – измерение толщины отвержденного слоя с помощью микрометра типа МКЦ

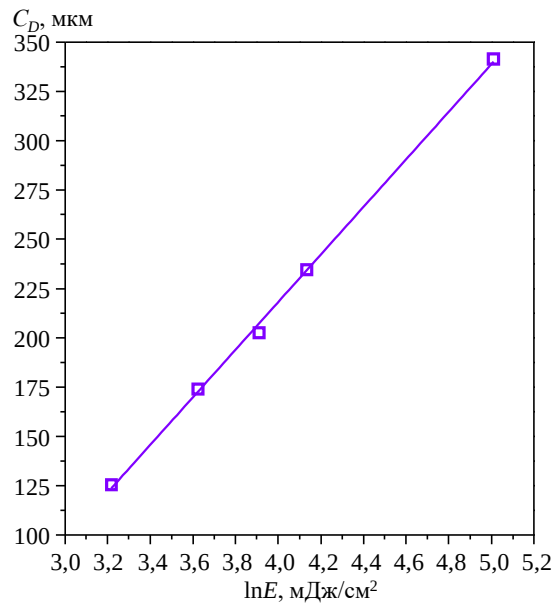


Рис. 8. Зависимость изменения глубины отверждения монослоя C_D фотоотверждаемой керамической суспензии от интенсивности светового потока E

Построение графика зависимости C_D от E в полулогарифмических координатах позволяет, исходя из уравнения прямой, аппроксимирующей отмеченные на графике точки, вычислить значение D_p , используя которое, согласно формуле (2), можно также определить значение критической энергии E_c . Экспериментально полученная зависимость глубины фотополимеризации керамической суспензии от дозы излучения имеет высокое согласование с уравнением (2), поскольку коэффициент детерминации $R^2 = 0,9989$, и может быть представлена в виде уравнения

$$C_D = 120,66 \ln E - 264,62 = 120,66 \ln(E/8,963). \quad (3)$$

На основании полученных параметров фотополимеризации керамической суспензии 3D-печать полимерно-керамических образцов осуществляли с толщиной монослоя 50 мкм при интенсивности светового потока 37,5 мДж/см².

Печать изделий по технологии DLP из фотоотверждаемой керамической суспензии проводили при длине волны УФ-излучения 405 нм следующим образом. Подвижную рабочую платформу аппарата погружали в ванну с подогретой до температуры 40 °С жидкой фотоотверждаемой керамической суспензией на расстояние от дна, равное толщине нарастающего слоя изделия (50 мкм). Затем DLP-проектор проецировал изображение целого сечения CAD-модели до момента полного отверждения первого слоя полимерно-керамического изделия, после чего рабочую платформу поднимали вверх, отрывая от дна ванны напечатанный слой. Далее платформу снова погружали в ванну на толщину слоя, где поверхность пленки самотеком заполнялась незаполимеризованной жидкой фотоотверждаемой керамической суспензией, и вновь проецировалось изображение нового слоя цифровой модели. Облучение приводило к фотополимеризации и отверждению жидкой композиции лишь на тех участках, на которых ее засвечивал световой поток. Данные этапы повторяли до тех пор, пока изделие не было полностью сформировано. Проектор DLP проецировал изображение на рабочую платформу через цифровое мультизеркальное устройство, представляющее собой систему подвижных жестких алюминиевых зеркал с очень высоким коэффициентом отражения. Каждое из зеркал можно переключать в одно из двух положений: в первом – зеркало

отражает падающее на него световое излучение, перенаправляя свет на линзу и затем на слой жидкой фотоотверждаемой керамической суспензии; во втором – отклоняет световое излучение в сторону от линзы (на светопоглотитель). В результате сложного взаимодействия всей матрицы на слой жидкой композиции попадает световое изображение заданной конфигурации, вызывая его селективное отверждение.

На рис. 9 приведены микрофотографии поверхностей шлифа и скола образца полимерно-керамического изделия, полученного путем 3D-печати из керамической суспензии на основе оксида алюминия по технологии DLP. Слои печати от 3D-принтера в материале слабо выражены, толщина слоев составляет от 46 до 50 мкм. Структура матрицы материала многофазная, состоит из полимерной части с размерами агрегатов дисперсных частиц от 140 до 720 нм, а также из порошкообразных частиц оксида алюминия неправильной формы, размеры которых не превышают 9 мкм. При изготовлении шлифа и скола в материале происходят многочисленные выкрашивания порошкообразных частиц неправильной формы.

Свойства разработанной фотоотверждаемой керамической суспензии в сравнении со свойствами импортного аналога представлены в табл. 2.

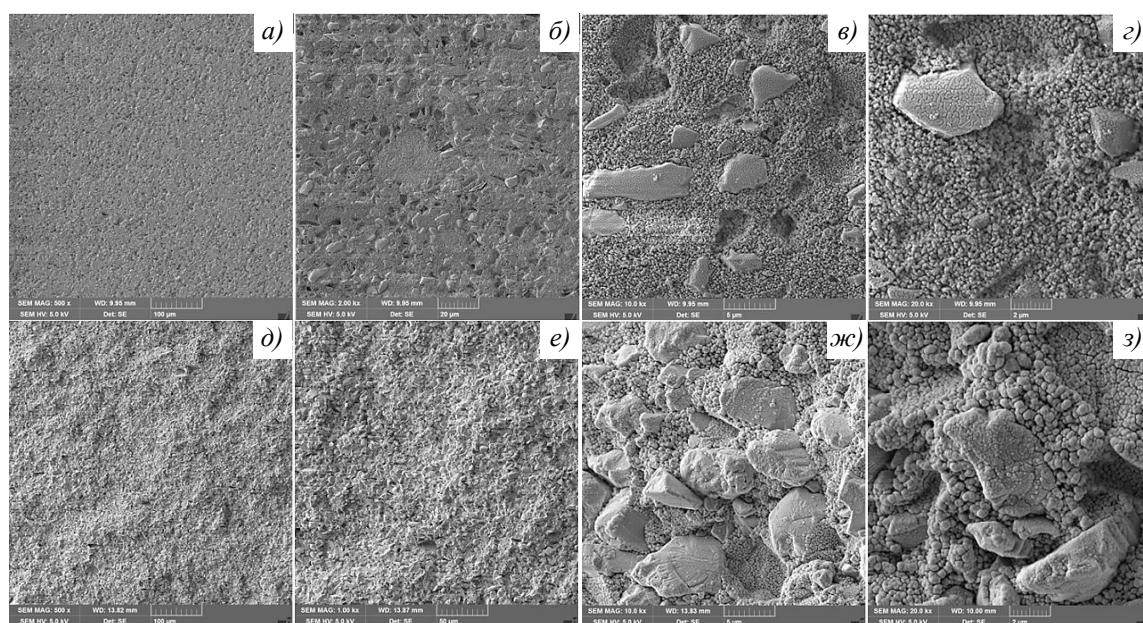


Рис. 9. Микроструктуры шлифа (а–г) и скола (д–з) образца полимерно-керамической детали, синтезированной из керамической суспензии с содержанием 51,5 % (объемн.) оксида алюминия по технологии цифровой обработки светом, при увеличениях $\times 500$ (а, д), $\times 2000$ (б, е), $\times 10000$ (в, ж) и $\times 20000$ (г, з)

Таблица 2

Сравнение свойств фотоотверждаемых керамических суспензий на основе Al_2O_3 отечественного и импортного производства

Показатели	Значения показателей для керамической суспензии	
	разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ	марки KoMitsuLite Alumina (фирма Tethon 3D, США)
Длина волны для отверждения, нм	405	405
Вязкость, Па·с	2,11–2,21 (при 25 °С)	26,96–46,15 (при 20 °С)
Содержание Al_2O_3 , % (по массе)	80,06–80,11	85,0

После 3D-печати методом DLP проводили низкотемпературную вакуумную постобработку с последующим выжиганием связующего. Режим термического удаления отвержденного полимерного связующего подбирали после проведения термогравиметрического анализа, который показал, что процесс пиролиза полимера происходит в интервале температур от 100 до 500 °C (рис. 10). Потеря массы начинается с температуры ~140 °C и при ~190°C составляет 1,5 %, после 300 °C скорость разложения фотоотвержденного полимерного связующего резко увеличивается и достигает 15 % (по массе). При нагреве образцов до температуры >500 °C происходит полное разложение связующего, остаточное количество составляет 81,8 % (по массе).

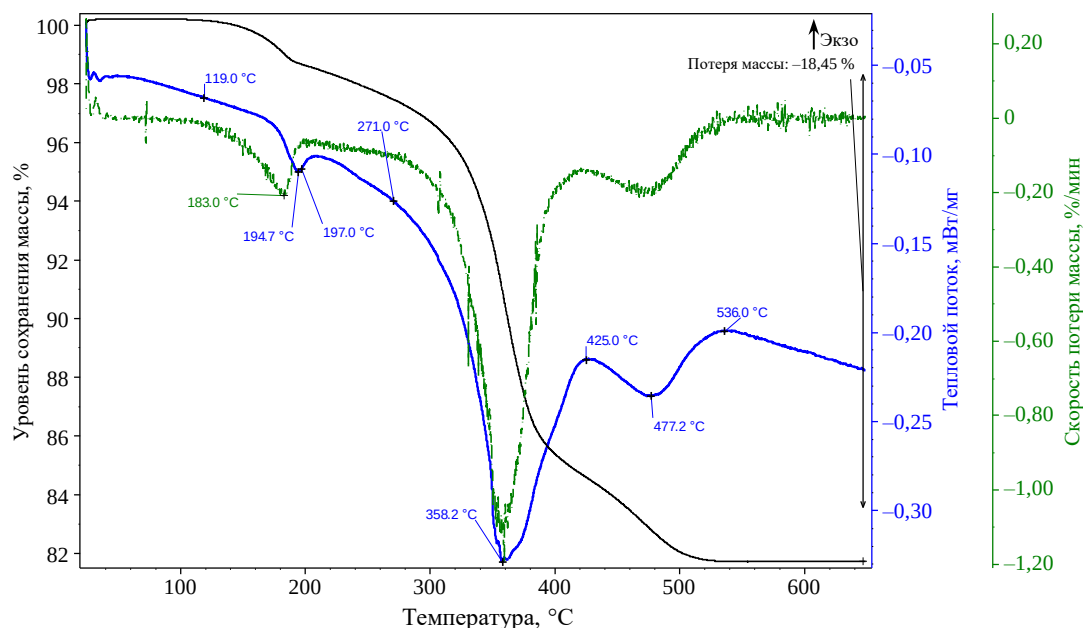


Рис. 10. Результаты синхронного термического анализа (термогравиметрия и дифференциальная сканирующая калориметрия) полимерно-керамических изделий

Процесс спекания образцов из алюмооксидной керамики проводили при температуре 1500–1750 °C в воздушной среде. Усадку полученной керамики определяли путем сопоставления размеров CAD-модели и полученного образца после полного цикла аддитивного производства. При изготовлении керамических изделий методом DLP уменьшение размеров образцов происходит из-за полимерной усадки в ходе печати, а также последующих процессов выжигания связующего и спекания керамики. Полученные результаты позволили определить коэффициенты поправки на усадку для плотной керамики на основе оксида алюминия: 14,04; 15,63 и 18,54 % по ширине, длине и высоте соответственно.

Изготовленная фотоотверждаемая высоконаполненная керамическая суспензия на основе оксида алюминия позволила обеспечить формирование равномерной мелкокристаллической структуры и высокие значения физико-механических характеристик. На рис. 11 показана микроструктура шлифа и скола полученной плотной алюмооксидной керамики. В образцах спеченных керамических деталей явных очертаний слоев от послойного построения при 3D-печати не выявлено, при этом в объеме образца обнаружены многочисленные пустоты неправильной формы, что хорошо видно на шлифе. Размер зерен не превышает 7 мкм. Плотность керамического материала из оксида алюминия составила 3,5–3,8 г/см³.

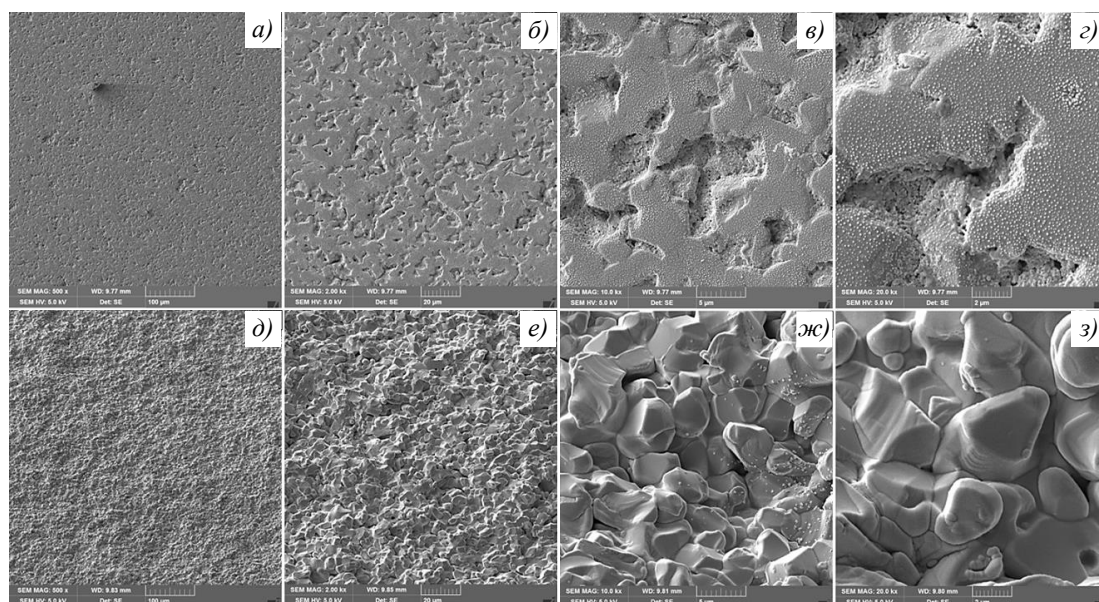


Рис. 11. Микроструктуры шлифа (а–г) и скола (д–з) образца спеченной алюмооксидной керамики, полученной по технологии цифровой обработки светом, при увеличениях $\times 500$ (а, д), $\times 2000$ (б, е), $\times 10000$ (в, ж) и $\times 20000$ (г, з)

Результаты исследования физико-механических и теплофизических характеристик (плотность, прочность при изгибе, ТКЛР, трещиностойкость) изготовленной алюмооксидной керамики в сравнении со свойствами импортного аналога приведены в табл. 3. Характеристики керамики на основе оксида алюминия делают ее перспективной для изготовления различных изделий сложной формы (например, втулки для малоразмерного газотурбинного двигателя, тигли для термоанализа, подложки для микроэлектроники и др.). Характеристики полученной керамики находятся на уровне показателей зарубежных аналогов.

Из разработанной фотоотверждаемой керамической суспензии также можно получать пористые изделия из оксида алюминия, в том числе керамические стержни для литья охлаждаемых лопаток газотурбинного двигателя по выплавляемым моделям. Структура пористой керамики из оксида алюминия с открытой пористостью $>35\%$ представлена на рис. 12. Результаты исследования физико-механических характеристик (плотность, прочность при изгибе, открытая пористость) полученной пористой керамики на основе оксида алюминия приведены в табл. 3.

Таблица 3

**Свойства алюмооксидной керамики,
полученной по технологии цифровой обработки светом**

Свойства	Значения свойств для алюмооксидной керамики из керамической суспензии		
	разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ		марки KoMitsuLite Alumina (фирма Tethon 3D, США)
	пористая керамика	плотная керамика	
Плотность, г/см ³	2,45–2,51	3,5–3,8	3,82
Прочность при изгибе при 20 °С, МПа	6–15	142–223	123,99
ТКЛР: $\alpha \cdot 10^6$, К ⁻¹ (при нагреве до 1600 °С)	–	8,47	–
Трещиностойкость K_{Ic} , МПа $\sqrt{м}$	–	5,9	–
Открытая пористость, %	36,05–37,34	–	–

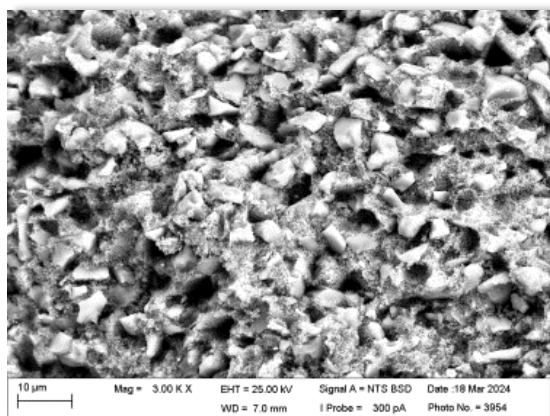


Рис. 12. Микроструктура пористой оксидной керамики

На основе разработанной высоконаполненной фотоотверждаемой керамической суспензии в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ получены изделия сложной формы по DLP-технологии (рис. 13).

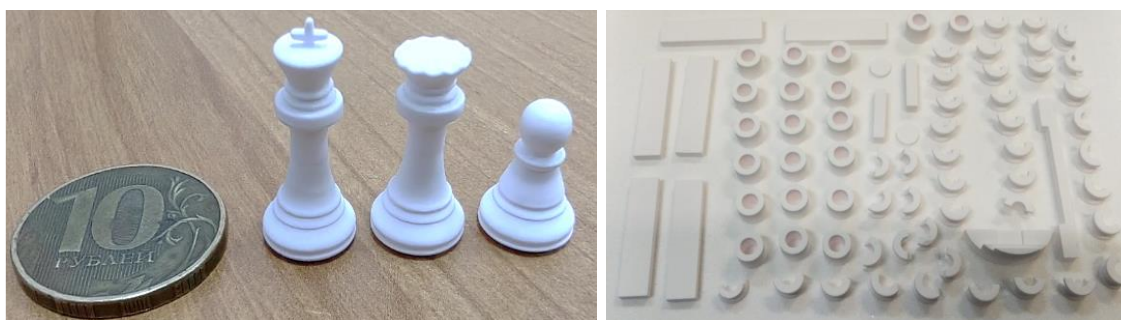


Рис. 13. Примеры изделий из оксидной керамики, полученных методом цифровой обработки светом из высоконаполненной фотоотверждаемой керамической суспензии, разработанной в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Заключения

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработана высоконаполненная фотоотверждаемая керамическая суспензия на основе оксида алюминия. Получены изделия из плотной и пористой оксидной керамики методом DLP. Разработанный состав обеспечивает высокую степень наполнения – более 80 % (по массе), или 51,4 % (объемн.), что позволяет получать методом DLP высокоплотные сложнопрофильные изделия со свойствами на уровне лучших аналогов конструкционного назначения, получаемых традиционными методами. Разработанная технология позволяет изготавливать изделия из оксида алюминия любой сложности, в том числе для применения в авиационной промышленности.

Определены режимы удаления связующего и спекания керамики, обеспечивающие равномерную высокоплотную мелкокристаллическую структуру и высокие значения физико-механических свойств на уровне импортных аналогов (плотность 3,5–3,8 г/см³, прочность при изгибе 142–223 МПа, ТКЛР $8,47 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, коэффициент интенсивности напряжений $5,9 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$).

В настоящее время в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ организован участок полного цикла керамического аддитивного производства, позволяющего получать сложнопрофильные изделия из оксидной керамики методом DLP из высоконаполненных фотоотверждаемых керамических суспензий на основе оксида алюминия.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотруднику НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ С.Л. Лонскому за помощь в проведении микроструктурных исследований и анализа результатов.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. № 1. С. 2–6.
2. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы // *Интеллект и технологии*. 2015. № 2 (11). С. 52–55.
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. Elsayed H., Carraro F., Agnoli S. et al. Direct ink writing of silica-carbon-calcite composite scaffolds from a silicone resin and fillers // *Journal of the European Ceramic Society*. 2018. Vol. 38. P. 5200–5207. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.07.049.
5. 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: 27.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.
6. Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Серкова Е.А. Фотоотверждаемое полимерное предкерамическое связующее для получения оксидной керамики методом цифровой обработки светом (DLP) // Тез. Всерос. науч. конф. с междунар. участием «Жидкие кристаллы и «умные» наноматериалы» (XI Чистяковские чтения) (г. Иваново, 20–21 мая 2025 г.). Иваново: Ивановск. гос. ун-т, 2025. С. 61.
7. Бутузов А.В., Лебедева Ю.Е., Серкова Е.А., Семина А.В., Турченко М.В. Аддитивное получение образцов алюмооксидной керамики из высоконаполненной керамической суспензии технологией DLP // Тез. Всерос. науч. конф. с междунар. участием «Жидкие кристаллы и «умные» наноматериалы» (XI Чистяковские чтения) (г. Иваново, 20–21 мая 2025 г.). Иваново: Ивановск. гос. ун-т, 2025. С. 62.
8. 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: 27.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
9. Глазунов В.С., Черепанова М.В. Применение аддитивных технологий в производстве керамических изделий // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Сер.: Химическая технология и биотехнология*. 2018. №. 4. С. 174–187. DOI: 10.15593/2224-9400/2018.4.14.
10. Рогова А.Н., Чувикина М.С., Беляков А.В. и др. Перспективность использования аддитивных методов в технологии производства керамических материалов // *Успехи в химии и химической технологии*. 2020. Т. 34. № 5 (228). С. 83–85.
11. Черепанова М.В., Сковородников П.В., Хазеев А.А. Применение аддитивных технологий в производстве керамических изделий сложных форм // *Научный альманах*. 2018. № 10-2 (48). С. 73–76. DOI: 10.17117/na.2018.10.02.073.
12. Flume E., Coppola B., Montanaro L., Palmero P. Vat-photopolymerization of ceramic materials: exploring current applications in advanced multidisciplinary fields // *Frontiers in Materials*. 2023. Vol. 10. P. 1–32. DOI: 10.3389/fmats.2023.1242480.
13. Li X., Chen Y. Vat-photopolymerization-based ceramic manufacturing // *ASM Handbook*. ASM International, 2020. Vol. 24: Additive Manufacturing Processes. P. 81–96. DOI: 10.31399/asm.hb.v24.a0006578.

14. Сухарев Д.А., Шибанов К.С. Аддитивные технологии в производстве керамических изделий и летательных аппаратов // Творчество молодых – родному региону: сб. материалов X Региональной межвузовской науч.-практ. конф. (г. Выкса, 25 апреля 2023 г.). Казань: Бук, 2023. С. 361–371.
15. Малаев И.А., Пивоваров М.Л. Аддитивные технологии: применение в медицине и фармации // Вестник фармации. 2019. № 2 (84). С. 98–107.
16. Rasaki S.A., Xiong D., Xiong S. et al. Photopolymerization-based additive manufacturing of ceramics: A systematic review // Journal of Advanced Ceramics. 2021. Vol. 10. No. 3. P. 442–471. DOI: 10.1007/s40145-021-0468-z.
17. Zakeri S., Vippola M., Levanen E. A comprehensive review of the photopolymerization of ceramic resins used in stereolithography // Additive Manufacturing. 2020. Vol. 35. P. 1–14. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101177.
18. Shuai X., Zeng Y., Li P., Chen J. Fabrication of fine and complex lattice structure Al_2O_3 ceramic by digital light processing 3D printing technology // Journal of Materials Science. 2020. Vol. 55. P. 6771–6782. DOI: 10.1007/s10853-020-04503-y.
19. Chen Q., Zou B., Lai Q. et al. A study on biosafety of HAP ceramic prepared by SLA-3D printing technology directly // Journal of the Mechanical Behavior Biomedical Materials. 2019. Vol. 98. P. 327–335. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2019.06.031.
20. Licciulli A., Corcione C.E., Greco A. et al. Laser stereolithography of ZrO_2 toughened Al_2O_3 // Journal of the European Ceramic Society. 2005. Vol. 25. P. 1581–1589. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2003.12.024.
21. Bae C.J., Ramachandran A., Chung K., Park S. Ceramic stereolithography additive manufacturing for 3D complex ceramic structures // Journal of the Korean Ceramic Society. 2017. Vol. 54. P. 470–477. DOI: 10.4191/KCERS.2017.54.6.12.
22. Chinelatto A.S.A., Chinelatto A.L., Ojaimi C.L. et al. Effect of sintering curves on the microstructure of alumina–zirconia nanocomposites // Ceramics International. 2014. Vol. 40 (9). P. 14669–14676. DOI: 10.1016/j.ceramint.2014.06.055.
23. Griffith M.L., Halloran J.W. Freeform fabrication of ceramics via stereolithography // Journal of the American Ceramic Society. 2005. Vol. 79. P. 2601–2608. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb09022.x.
24. Zhang K., Xie C., Wang G. et al. High solid loading, low viscosity photosensitive Al_2O_3 slurry for stereolithography based additive manufacturing // Ceramics International. 2019. Vol. 45. P. 203–208. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.09.152.
25. Ding G., He R., Zhang K. et al. Stereolithography-based additive manufacturing of gray-colored SiC ceramic green body // Journal of the American Ceramic Society. 2019. Vol. 102. P. 1–12. DOI: 10.1111/JACE.16648.
26. Camargo I.L., Morais M.M., Fortulan C.A. 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.
27. 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: 27.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-9-68-82.
28. 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: 27.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
29. Photopolymer development resin base for use with three-dimensional printer: pat. 11126088 B1 US; appl. 23.04.18; publ. 21.09.21.
30. Фотоотверждаемая смесь для изготовления керамических изделий методом стереолитографии с высокотемпературной постобработкой: пат. 2794673 C1 Рос. Федерация; заявл. 20.05.22; опубл. 24.04.23.
31. Method for the manufacture, by stereolithography, of green pieces of ceramic or metal material by photo-thermal route: pat. 2021/0024422 A1 US; appl. 22.07.20; publ. 28.01.21.

32. Способ получения керамического образца на основе β -трикальцийфосфата с использованием метода стереолитографии для восстановления костной ткани: пат. 2729761 С1 Рос. Федерация; заявл. 29.08.19; опубл. 12.08.20.
33. Композиция на основе стабилизированного диоксида циркония для 3D-печати методом стереолитографии: пат. 2723427 С1 Рос. Федерация; заявл. 26.12.18; опубл. 11.06.20.
34. Способ изготовления стереолитографией сырых заготовок деталей из керамического или металлического материала фототермическим путем: пат. 2739093 С1 Рос. Федерация; заявл. 22.07.19; опубл. 21.12.20.
35. Liu W., Li M., Nie J. et al. Synergy of solid loading and printability of ceramic paste for optimized properties of alumina via stereolithography-based 3D printing // *Journal of Materials Research*. 2020. Vol. 9. P. 11476–11483.
36. Green W.A. *Industrial Photoinitiators: A Technical Guide*. Boca Raton: CRC Press, 2010. 302 p.
37. Хрустов В.Р. Разработка и исследование керамик на основе нанопорошков оксидов алюминия, циркония и церия: автореф. дис. ... канд. техн. наук. Екатеринбург, 2010. 25 с.
38. Abyzov A.M. Aluminum oxide and alumina ceramics (review). Part 1. Properties of Al_2O_3 and commercial production of dispersed Al_2O_3 // *Refractories and industrial ceramics*. 2019. Vol. 60. P. 24–32. DOI: 10.17073/1683-4518-2019-1-16-23.
39. Richards G. Aluminum oxide ceramics // *Concise encyclopedia of advanced ceramic materials*. Pergamon Press, 1991. P. 16–20. DOI: 10.1016/b978-0-08-034720-2/50014-9.
40. Lukin E.S., Makarov N.A., Dovonova I.V. et al. New ceramic materials based on aluminum oxide // *Refractories and industrial ceramics*. 2001. Vol. 42. No. 7. P. 261–268. DOI: 10.1023/A:1012758727396.
41. 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.
42. Толкачева А.С. Технология керамики для материалов электронной промышленности. Часть 1. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2019. 124 с.
43. Kang J., Song X.G., Hu S.P. et al. Wetting and brazing of alumina by $\text{Sn}_{0.3}\text{Ag}_{0.7}\text{Cu}$ -Ti alloy // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017. Vol. 48 (12). P. 5870–5878. DOI: 10.1007/s11661-017-4371-8.
44. Willmann G. Ceramic femoral heads for total hip arthroplasty // *Advanced Engineering Materials*. 2000. Vol. 2 (3). P. 114–122.
45. 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.
46. 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.

References

1. Kablov E.N. The Present and Future of Additive Technologies. *Metally Evrazii*, 2017, no. 1, pp. 2–6.
2. Kablov E.N. Additive Technologies – the Dominant Focus of the National Technological Initiative. *Intellekt i tekhnologii*, 2015, no. 2 (11), pp. 52–55.
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 tekhnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
4. Elsayed H., Carraro F., Agnoli S. et al. Direct ink writing of silica-carbon-calcite composite scaffolds from a silicone resin and fillers. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018, vol. 38, pp. 5200–5207. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2018.07.049.
5. 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: October 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.

6. Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Serkova E.A. Photocurable polymer pre-ceramic binder for producing oxide ceramics by digital light processing (DLP). *Abstracts of the All-Rus. sc. conf. with int. participation «Liquid crystals and «smart» nanomaterials» (XI Chistyakov readings)*. Ivanovo: Ivanovo State Univ., 2025, p. 61.
7. Butuzov A.V., Lebedeva Yu.E., Serkova E.A., Semina A.V., Turchenko M.V. Additive production of alumina ceramic samples from a highly filled ceramic suspension using DLP technology. *Abstracts of the All-Rus. sc. conf. with int. participation «Liquid crystals and «smart» nanomaterials» (XI Chistyakov readings)*. Ivanovo: Ivanovo State Univ., 2025, p. 62.
8. 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 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-8-64-76.
9. Glazunov V.S., Cherepanova M.V. Application of additive technologies in the production of ceramic products. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Ser.: Khimicheskaya tekhnologiya i biotekhnologiya*, 2018, no. 4, pp. 174–187. DOI: 10.15593/2224-9400/2018.4.14.
10. Rogova A.N., Chuvikina M.S., Belyakov A.V. et al. Prospects of using additive methods in the production technology of ceramic materials. *Uspekhi v khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2020, vol. 34, no. 5 (228), pp. 83–85.
11. Cherepanova M.V., Skovorodnikov P.V., Khazeev A.A. Application of additive technologies in the production of ceramic products of complex shapes. *Nauchnyy almanakh*, 2018, no. 10-2 (48), p. 73–76. DOI: 10.17117/na.2018.10.02.073.
12. Flume E., Coppola B., Montanaro L., Palmero P. Vat-photopolymerization of ceramic materials: exploring current applications in advanced multidisciplinary fields. *Frontiers in Materials*, 2023, vol. 10, pp. 1–32. DOI: 10.3389/fmats.2023.1242480.
13. Li X., Chen Y. Vat-photopolymerization-based ceramic manufacturing. *ASM Handbook*. ASM International, 2020, vol. 24: Additive Manufacturing Processes, pp. 81–96. DOI: 10.31399/asm.hb.v24.a0006578.
14. Sukharev D.A., Shibanov K.S. Additive technologies in the production of ceramic products and aircraft. *Creativity of the young – to their native region: collection of materials of the 10th Regional Interuniversity Sc. and Pract. Conf.* Kazan: Buk, 2023, pp. 361–371.
15. Malaev I.A., Pivovarov M.L. Additive technologies: application in medicine and pharmacy. *Vestnik farmatsii*, 2019, no. 2 (84), pp. 98–107.
16. Rasaki S.A., Xiong D., Xiong S. et al. Photopolymerization-based additive manufacturing of ceramics: A systematic review. *Journal of Advanced Ceramics*, 2021, vol. 10, no. 3, pp. 442–471. DOI: 10.1007/s40145-021-0468-z.
17. Zakeri S., Vippola M., Levanen E. A comprehensive review of the photopolymerization of ceramic resins used in stereolithography. *Additive Manufacturing*, 2020, vol. 35, pp. 1–14. DOI: 10.1016/j.addma.2020.101177.
18. Shuai X., Zeng Y., Li P., Chen J. Fabrication of fine and complex lattice structure Al₂O₃ ceramic by digital light processing 3D printing technology. *Journal of Materials Science*, 2020, vol. 55, pp. 6771–6782. DOI: 10.1007/s10853-020-04503-y.
19. Chen Q., Zou B., Lai Q. et al. A study on biosafety of HAP ceramic prepared by SLA-3D printing technology directly. *Journal of the Mechanical Behavior Biomedical Materials*, 2019, vol. 98, pp. 327–335. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2019.06.031.
20. Licciulli A., Corcione C.E., Greco A. et al. Laser stereolithography of ZrO₂ toughened Al₂O₃. *Journal of the European Ceramic Society*, 2005, vol. 25, pp. 1581–1589. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2003.12.024.
21. Bae C.J., Ramachandran A., Chung K., Park S. Ceramic stereolithography additive manufacturing for 3D complex ceramic structures. *Journal of the Korean Ceramic Society*, 2017, vol. 54, pp. 470–477. DOI: 10.4191/KCERS.2017.54.6.12.

22. Chinelatto A.S.A., Chinelatto A.L., Ojaimi C.L. et al. Effect of sintering curves on the microstructure of alumina–zirconia nanocomposites. *Ceramics International*, 2014, vol. 40 (9), pp. 14669–14676. DOI: 10.1016/j.ceramint.2014.06.055.
23. Griffith M.L., Halloran J.W. Freeform fabrication of ceramics via stereolithography. *Journal of the American Ceramic Society*, 2005, vol. 79, pp. 2601–2608. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1996.tb09022.x.
24. Zhang K., Xie C., Wang G. et al. High solid loading, low viscosity photosensitive Al_2O_3 slurry for stereolithography based additive manufacturing. *Ceramics International*, 2019, vol. 45, pp. 203–208. DOI: 10.1016/j.ceramint.2018.09.152.
25. Ding G., He R., Zhang K. et al. Stereolithography-based additive manufacturing of gray-colored SiC ceramic green body. *Journal of the American Ceramic Society*, 2019, vol. 102, pp. 1–12. DOI: 10.1111/JACE.16648.
26. Camargo I.L., Morais M.M., Fortulan C.A. 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.
27. 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: October 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-9-68-82.
28. 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: October 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
29. *Photopolymer development resin base for use with three-dimensional printer*: pat. 11126088 B1 US; appl. 23.04.18; publ. 21.09.21.
30. *Photocurable mixture for the production of ceramic products using stereolithography with high-temperature post-processing*: pat. 2794673 C1 Rus. Federation; appl. 20.05.22; publ. 24.04.23.
31. *Method for the manufacture, by stereolithography, of green pieces of ceramic or metal material by photo-thermal route*: pat. 2021/0024422 A1 US; appl. 22.07.20; publ. 28.01.21.
32. *A method for producing a ceramic sample based on β -tricalcium phosphate using stereolithography for bone tissue restoration*: pat. 2729761 C1 Rus. Federation; appl. 29.08.19; publ. 12.08.20.
33. *A composition based on stabilized zirconium dioxide for 3D printing by stereolithography*: pat. 2723427 C1 Rus. Federation; appl. 26.12.18; publ. 11.06.20.
34. *A method for producing green blanks of parts from ceramic or metallic material by stereolithography using photothermal means*: pat. 2739093 C1 Rus. Federation; appl. 22.07.19; publ. 21.12.20.
35. Liu W., Li M., Nie J. et al. Synergy of solid loading and printability of ceramic paste for optimized properties of alumina via stereolithography-based 3D printing. *Journal of Materials Research*, 2020, vol. 9, pp. 11476–11483.
36. Green W.A. *Industrial Photoinitiators: A Technical Guide*. Boca Raton: CRC Press, 2010, 302 p.
37. Khrustov V.R. *Development and study of ceramics based on nanopowders of aluminum, zirconium and cerium oxides*: thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Ekaterinburg, 2010, 25 p.
38. Abyzov A.M. Aluminum oxide and alumina ceramics (review). Part 1. Properties of Al_2O_3 and commercial production of dispersed Al_2O_3 . *Refractories and industrial ceramics*, 2019, vol. 60, pp. 24–32. DOI: 10.17073/1683-4518-2019-1-16-23.
39. Richards G. Aluminum oxide ceramics. *Concise encyclopedia of advanced ceramic materials*. Pergamon Press, 1991, pp. 16–20. DOI: 10.1016/b978-0-08-034720-2/50014-9.
40. Lukin E.S., Makarov N.A., Dovonova I.V. et al. New ceramic materials based on aluminum oxide. *Refractories and industrial ceramics*, 2001, vol. 42, no. 7, pp. 261–268. DOI: 10.1023/A:1012758727396.
41. 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.

42. Tolkacheva A.S. *Ceramic technology for materials of the electronics industry. Part 1.* Ekaterinburg: Ural Univ. Publ. House, 2019, 124 p
43. Kang J., Song X.G., Hu S.P. et al. Wetting and brazing of alumina by Sn_{0,3}Ag_{0,7}Cu–Ti alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2017, vol. 48 (12), pp. 5870–5878. DOI: 10.1007/s11661-017-4371-8.
44. Willmann G. Ceramic femoral heads for total hip arthroplasty. *Advanced Engineering Materials*, 2000, vol. 2 (3), pp. 114–122.
45. 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.
46. Wei L., Zhang J., Yu F. A novel fabrication of yttria-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.

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

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

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

Долгова Елена Владимировна, заместитель начальника лаборатории по науке, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Турченко Максим Витальевич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Куршев Евгений Васильевич, ведущий инженер, 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

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

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

Elena V. Dolgova, Deputy Head of Laboratory of Science, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Maxim V. Turchenko, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 19.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.12.2025.

The article was submitted 19.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 03.12.2025.

Научная статья

УДК 539.3:620.17

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-75-93

ИЗМЕНЕНИЕ СВОЙСТВ АВИАЦИОННЫХ ПКМ ПОСЛЕ 6 ЛЕТ ЭКСПОЗИЦИИ В ТИПОВЫХ ЗОНАХ РОССИИ Часть 1. Влагоперенос и деформативность

Г.В. Корниенко¹, Е.В. Двирная¹, О.В. Старцев^{1,2}, А.С. Кротов²

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

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр «Якутский научный центр Сибирского отделения Российской академии наук» Институт физико-технических проблем Севера им. В.П. Ларионова Сибирского отделения Российской академии наук, Якутск, Россия; administration@iptpn.ysn.ru

Аннотация. Проведены исследования изменения диффузионных характеристик стеклопластика и углепластиков в исходном состоянии и после экспозиции в течение шести лет в пяти климатических зонах РФ. Значение коэффициента достоверности аппроксимации моделями Фика и Ленгмюра для результатов взвешивания, полученных на этапах сушки и увлажнения, равно 1,00. В ходе кондиционирования с помощью неразрушающего метода кручения получены диаграммы изменения модуля сдвига, которые были аппроксимированы аналогичными моделями. Результаты моделирования позволили различить влияние климатических зон на свойства материалов.

Ключевые слова: полимерные композиционные материалы, климатическое старение, диффузия влаги, пластификация, модуль сдвига, второй закон Фика, модель Ленгмюра

Для цитирования: Корниенко Г.В., Двирная Е.В., Старцев О.В., Кротов А.С. Изменение свойств авиационных ПКМ после 6 лет экспозиции в типовых зонах России. Часть 1. Влагоперенос и деформативность // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 75–93. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-75-93.

Scientific article

CHANGES IN THE PROPERTIES OF AVIATION PCM AFTER 6 YEARS OF EXPOSURE IN TYPICAL CLIMATIC ZONES OF RUSSIA Part 1. Moisture transfer and deformability

G.V. Kornienko¹, E.V. Dvirnaya¹, O.V. Startsev^{1,2}, A.S. Krotov²

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

²V.P. Larionov Institute of Physical-Technical Problems of the North of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Yakutsk, Russia; administration@iptpn.ysn.ru

Abstract. Studies of changes in the diffusion characteristics of glass and carbon fiber reinforced polymers in their initial state and after exposure for 6 years in 5 climatic zones of the Russian Federation have been conducted. The value of the coefficient of determination of the approximation by the Fick and Langmuir models for the weighing results obtained at the stages of drying and humidification is equal to 1.00. Using the non-destructive plate twist method during conditioning, diagrams of shear modulus change were obtained and then approximated using the similar models. The modeling results allowed to distinguish the influence of climatic zones on the properties of the materials.

Keywords: *fiber reinforced polymers, outdoor weathering, moisture diffusion, plasticization, shear modulus, Fick's law of diffusion, Langmuir adsorption model*

For citation: Kornienko G.V., Dvirnaya E.V., Startsev O.V., Krotov A.S. Changes in the properties of aviation PCM after 6 years of exposure in typical climatic zones of Russia. Part 1. Moisture transfer and deformability. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 75–93. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-75-93.

Введение

Один из основных недостатков полимерных композиционных материалов (ПКМ) – чувствительность их свойств к различным внешним воздействиям. Несмотря на высокую прочность при эксплуатации под действием различных климатических факторов для ПКМ характерна нестабильность механических показателей [1, 2]. Поэтому в настоящее время актуальной задачей является разработка новых ПКМ и исследование изменения их свойств при климатическом старении [3–5].

Для того чтобы детально изучить вклад отдельных факторов, влияющих на свойства ПКМ, нередко прибегают к ускоренным климатическим испытаниям. Чаще всего такие испытания представляют собой выдержку образцов ПКМ в различных камерах, таких как камера соляного тумана, камера тепла и влаги и т. д. [6–10].

В работе [11] рассмотрено влияние выдерживания углепластиков на основе эпоксидного связующего под ультрафиолетовым облучением. Данное воздействие привело к окислению связующего, в результате чего произошло оголение волокон, отмечено также снижение прочности при изгибе на 15 %. Известно исследование влияния циклов ультрафиолетового облучения и увлажнения на свойства эпоксидной смолы, отвержденной с помощью ангидридного связующего и армированной различными модификациями ткани HEXCEL. В результате всего через 1000 ч старения наблюдалось снижение прочности при межслойном сдвиге на 2–7 % [12].

Приведенные методы позволяют изучить селективное влияние различных факторов. Однако одним из основных неотъемлемых способов оценки стабильности материалов является экспозиция в натуральных условиях. Такие испытания позволяют учитывать синергичность климатических факторов, а также изучить их влияние в реальных дозах и динамике [13, 14].

Например, после 10 лет экспозиции стеклопластика, изготовленного на основе бисфенола А со стирольным растворителем, в умеренном климате г. Цукубе (Япония) наблюдалось снижение прочности при сдвиге в плоскости листа на 67–77 % [15]. В работе [16] приведены результаты исследования стеклопластика при экспозиции в г. Лиссабоне (Португалия). За 12 мес. экспозиции прочность при изгибе стеклопластиков на основе винилэфира и полиэстера снизилась на 37 и 13 % соответственно.

Особый интерес при изучении старения ПКМ на климатических площадках вызывает сравнение влияния различных климатических зон на свойства материала. Такие исследования позволяют рассмотреть совместное влияние основных климатических факторов в разном соотношении, а также сделать выводы об относительной агрессивности той или иной зоны экспозиции [17, 18].

Например, проведены исследования [19] влияния климатического старения углепластика ВКУ-51 и стеклопластика ВПС-58 после экспозиции в умеренном климате г. Москвы и теплом влажном климате г. Геленджика. Модуль при поперечном изгибе углепластика снизился на 17,5 и 23,8 % для образцов после экспозиции сроком 5 лет в г. Москве и г. Геленджике соответственно. Предел прочности при растяжении стеклопластика после 5 лет экспозиции в г. Геленджике снизился на 16,6 %, в то время как экспозиция в г. Москве практически не повлияла на данную характеристику [19].

Проведены испытания полистирола в шести климатических зонах вдоль прибрежной линии от КНР до Нидерландов [20]. Температура стеклования снижалась в 1,5 раза активнее для районов с более теплым и влажным климатом, чем для других климатических зон, несмотря на близкие значения суммарной солнечной радиации. Наибольшая деградация свойств наблюдалась для образцов полистирола после экспозиции в г. Саныша (КНР) с тропическим приморским климатом [20].

Как видно из приведенных примеров, одним из основных факторов, оказывающих значительное влияние на снижение характеристик ПКМ при экспозиции, является влага, накапливающаяся в материале при выпадении осадков и повышенной влажности. Повышенное влагосодержание может вызывать как необратимые изменения свойств, вызванные гидролизом и дальнейшей деструкцией полимерного материала, так и обратимые изменения, обусловленные пластификацией [7, 21–25], причем при климатическом старении структура материала деградирует, что чаще всего приводит к изменению диффузионных характеристик [26–29].

Например, в исследовании [29] показано увеличение значений коэффициента диффузии влаги при увлажнении образцов из стеклопластика после экспонирования в различных климатических зонах. При этом наибольший рост данного показателя (в ~3 раза) наблюдался для материалов, прошедших в течение трех лет экспозицию в тропическом климате г. Нячанге (Вьетнам).

В работе [30] приведены исследования изменения пластифицирующего действия влаги на свойства эпоксидных полимеров при экспозиции в г. Геленджике. Отмечается, что изменение диффузионных характеристик при сушке образцов до и после экспозиции сроком 3, 6, 9 и 12 мес. связано в том числе с сезонным изменением влагосодержания. При этом разница между температурами стеклования в высушенном и увлажненном состояниях для большинства материалов увеличивается в ходе экспозиции. Для эпоксидного полимера, изготовленного с добавкой пластификатора Этал-1 (10 %), эта разница в исходном состоянии и после 12 мес. экспозиции составила 5 и 25 °С соответственно [30].

Таким образом, отдельный интерес вызывают не только исследования изменения диффузионных характеристик ПКМ при климатическом старении, но и изучение изменения пластифицирующего эффекта влаги на свойства этих материалов. Одна из наиболее подходящих характеристик для изучения пластифицирующего действия влаги – модуль сдвига в плоскости листа (G), определяемый методом кручения квадратной пластины. В работах [31, 32] рассмотрены основные преимущества этого метода и приведены примеры моделирования изменения данного показателя в зависимости от времени и влагосодержания.

Цель данной работы – изучение диффузионных характеристик различных ПКМ, прошедших длительную экспозицию в разных климатических зонах, а также определение изменения пластифицирующего действия влаги на различные свойства материалов, включая модуль сдвига в плоскости листа, до и после старения.

Материалы и методы

Для испытаний выбраны стеклопластик ВПС-48/7781/7781 и углепластик ВКУ-39, изготовленные на основе связующего ВСЭ-1212 [33], а также исследовали углепластик КМКУ-3м [34]. Плиты из стеклопластика и углепластика размером 300×300 мм выставляли на экспозицию в пяти разных климатических зонах, где они находились на экспозиции в течение шести лет (табл. 1). Среднегодовые значения основных метеопараметров для данных климатических зон представлены в работе [35]. После экспозиции из каждой плиты вырезали квадратные образцы размером 70×70 мм, которым присваивалось обозначение в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

**Климатические зоны, в которых проходила натурная экспозиция образцов
полимерных композиционных материалов**

Зона экспозиции	Обозначение климатической зоны	Материалы, прошедшие экспозицию в данной зоне
Исходное состояние		ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
		ВКУ-39
г. Геленджик	ЮКС	ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
		ВКУ-39
г. Дальние Зеленцы	СКС	ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
г. Владивосток	ДВКС	ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
		ВКУ-39
г. Москва	МКС	ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
г. Звенигород	ЗКС	ВПС-48/7781
		КМКУ-3м
		ВКУ-39

Полученные образцы трех ПКМ после экспозиции в разных климатических зонах высушивали до постоянной массы в течение 106 сут над прокаленным силикагелем при температуре 60 °С. Затем образцы кондиционировали при той же температуре и относительной влажности воздуха 95±5 % в течение 76 сут [36, 37]. На каждой стадии кондиционирования регулярно измеряли массу образцов на аналитических весах с точностью до 10 мкг. По изменению массы рассчитывали величину относительного влагосодержания:

$$w = \frac{m(t) - m(0)}{m(0)} \cdot 100 \%,$$

где $m(t)$ – масса образца в момент времени t , г; $m(0)$ – масса материала в последний день этапа сушки, г.

Параллельно с определением массы измеряли модуль сдвига в плоскости листа (G) с помощью метода кручения в соответствии со стандартом ГОСТ 33843–2016 [31, 32]. Для этого образец устанавливали на нижней опоре испытательной машины по одной оси и прикладывали усилие с помощью верхней опоры на перпендикулярную ось, создавая кручение квадратного образца (рис. 1). Каждый образец испытывали по двум осям, осуществляя при этом кручение образца в две разные стороны относительно одной оси.

На начальном участке нагружения кривой деформации определяли значение показателя G по значениям нагрузок F_1 и F_2 и соответствующим им деформациям δ_1 и δ_2 в соответствии с формулой

$$G = \frac{0,75\Delta L' L'' K}{1000h^3} \quad \text{при } \Delta = \frac{F_2 - F_1}{\delta_2 - \delta_1},$$

где δ_1 и δ_2 – величины деформаций, мм ($\delta_1 = 0,1h$, $\delta_2 = 0,3h$); F_1 , F_2 – соответствующие нагрузки, Н; L' , L'' – средняя ширина образца в каждом направлении, мм; h – средняя толщина образца, мм; $K = 0,82$ – геометрический поправочный коэффициент.

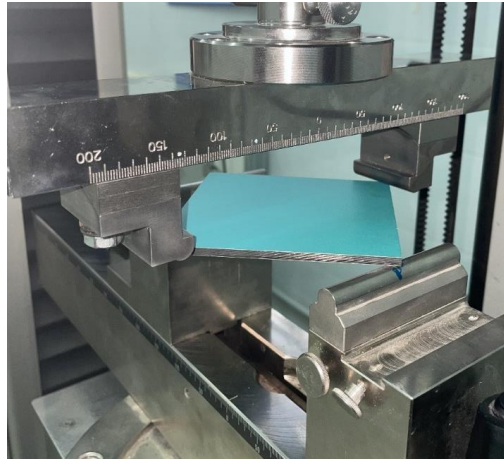


Рис. 1. Образец полимерного композиционного материала в условиях нагружения во время испытаний на кручение

Для каждого образца находили среднее из двух значений G по каждой оси, после чего рассчитывали относительное изменение модуля сдвига $\Delta G(t)$ по формуле

$$\Delta G(t) = \frac{G(t) - G(0)}{G(0)} \cdot 100 \%,$$

где $G(t)$ – модуль сдвига образца в момент времени t , ГПа; $G(0)$ – модуль сдвига образца в последний день этапа сушки, ГПа.

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

Результаты и обсуждение

Диаграммы изменения массы образцов ПКМ аппроксимированы с помощью одномерных моделей Фика и Ленгмюра (верхние индексы f и l в формулах соответствуют моделям Фика и Ленгмюра) [38, 39]:

$$w^f(t) = w_0^f (1 - 8 \text{SUM}_r);$$

$$\text{SUM}_r = \sum_{r=0}^{\infty} \frac{\exp[-n_r^2 d_r t]}{n_r^2};$$

$$d_r = D_w / r^2; n_r = \pi(2r + 1); \frac{1}{r^2} = \frac{1}{L'^2} + \frac{1}{L''^2} + \frac{1}{h^2};$$

$$w^l(t) = \frac{\beta}{\gamma + \beta} w^f(t) + w_0^l \left(1 - \frac{\gamma}{\gamma + \beta} \exp[-\beta t] - \frac{\beta}{\gamma + \beta} \right),$$

где w – относительное влагосодержание, %; t – время кондиционирования, сут; D_w – коэффициент диффузии влаги, мм²/сут; w_0 – предельное относительное влагосодержание, %; β – значение вероятности превращения связанной воды в мобильную; γ – значение вероятности превращения мобильной воды в связанную.

Результаты применения данных моделей для образцов из стеклопластика ВПС-48/7781, углепластиков ВКУ-39 и КМКУ-3м в исходном состоянии и после экспозиции в климатической зоне ЮКС представлены на рис. 2.

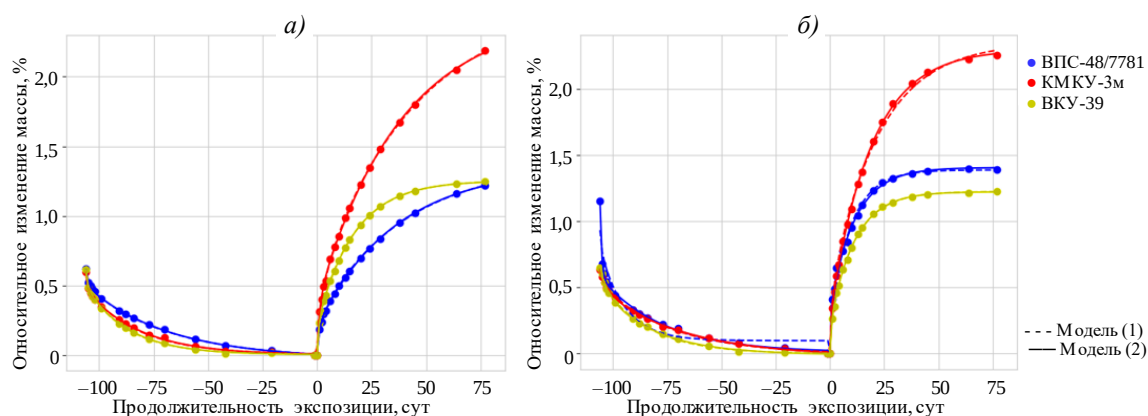


Рис. 2. Кинетика изменения массы образцов из полимерных композиционных материалов в исходном состоянии (а) и после предварительной экспозиции в течение 6 лет в климатической зоне ЮКС (б)

Видно, что результаты изменения массы всех образцов хорошо аппроксимируются моделями (1) и (2). Несмотря на схожую кинетику сушки материалов, на этапе увлажнения (как в исходном состоянии, так и после экспозиции) образцы из углепластика КМКУ-3м демонстрируют заметно бóльшую склонность к набору массы, чем углепластик и стеклопластик на основе связующего ВСЭ-1212. В свою очередь в исходном состоянии углепластик ВКУ-39 демонстрирует более высокую скорость диффузии на ранних этапах, чем стеклопластик ВПС-48/7781. Однако для образцов этих же материалов после экспозиции наблюдается обратная тенденция.

Для более детального изучения вклада различных климатических зон проведен анализ изменения влагосодержания в образцах отдельных ПКМ с разной предварительной обработкой (рис. 3).

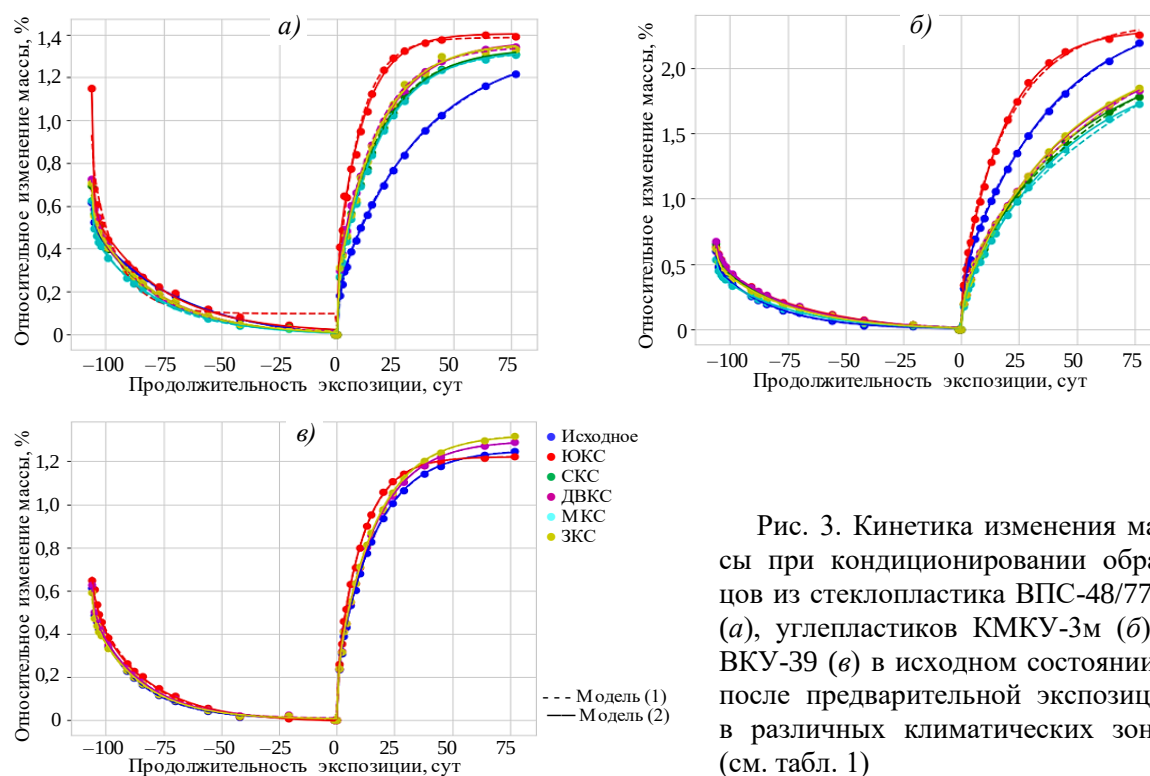


Рис. 3. Кинетика изменения массы при кондиционировании образцов из стеклопластика ВПС-48/7781 (а), углепластиков КМКУ-3м (б) и ВКУ-39 (в) в исходном состоянии и после предварительной экспозиции в различных климатических зонах (см. табл. 1)

Результаты обработки с помощью моделей (1) и (2) зависимостей $w(t)$, полученных при сушке и увлажнении, для образцов ПКМ представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты моделирования гравиметрических данных для образцов из стеклопластика ВПС-48/7781, углепластиков КМКУ-3м и ВКУ-39 в исходном состоянии и после экспозиции в различных климатических зонах с помощью моделей (1) и (2)

Зона экспозиции (см. табл. 1)	Материал	Модель Фика (1)					Модель Ленгмюра (2)				
		R^2	Сушка		Увлажнение		R^2	Сушка		Увлажнение	
			w_0^f , %	D_w^f , мм ² /сут	w_0^f , %	D_w^f , мм ² /сут		w_0^l , %	D_w^l , мм ² /сут	w_0^l , %	D_w^l , мм ² /сут
Исходное состояние	ВПС-48/7781	0,999	-0,63	0,011	1,38	0,010	1,000	-0,65	0,28	1,35	0,37
	КМКУ-3м	0,999	-0,58	0,017	2,54	0,009	1,000	-0,60	0,45	2,45	0,30
	ВКУ-39	0,999	-0,60	0,021	1,25	0,023	1,000	-0,61	0,55	1,25	0,53
ЮКС	ВПС-48/7781	0,980	-0,85	0,035	1,39	0,041	0,999	-1,15	0,49	1,40	0,90
	КМКУ-3м	0,999	-0,66	0,012	2,35	0,018	1,000	-0,67	0,10	2,30	0,68
	ВКУ-39	0,999	-0,68	0,019	1,22	0,035	1,000	-0,68	0,11	1,22	0,58
СКС	ВПС-48/7781	0,997	-0,66	0,016	1,32	0,023	0,999	-0,70	0,25	1,34	0,53
	КМКУ-3м	0,998	-0,64	0,014	2,53	0,005	1,000	-0,67	0,21	2,12	0,23
ДВКС	ВПС-48/7781	0,996	-0,68	0,017	1,34	0,024	0,999	-0,74	0,22	1,37	0,53
	КМКУ-3м	0,998	-0,66	0,014	2,58	0,005	1,000	-0,69	0,21	2,18	0,20
	ВКУ-39	0,999	-0,60	0,020	1,30	0,024	1,000	-0,63	0,51	1,30	0,46
МКС	ВПС-48/7781	0,998	-0,59	0,016	1,32	0,022	0,999	-0,63	0,36	1,33	0,72
	КМКУ-3м	0,997	-0,53	0,013	2,69	0,004	1,000	-0,54	0,26	2,07	0,24
ЗКС	ВПС-48/7781	0,996	-0,66	0,016	1,35	0,023	0,999	-0,71	0,42	1,36	1,57
	КМКУ-3м	0,998	-0,61	0,013	2,73	0,005	1,000	-0,63	0,26	2,19	0,27
	ВКУ-39	0,999	-0,57	0,020	1,33	0,023	1,000	-0,59	0,58	1,32	0,48

В первую очередь важно отметить высокие значения коэффициента достоверности аппроксимации (R^2) для обеих моделей. В случае модели (1) среднее значение R^2 составляет 0,997, а в случае модели (2): 1,000.

На стадии предварительной сушки образцы одного материала из разных климатических зон ведут себя схожим образом. Можно отметить, что наибольшая потеря влаги прогнозируется для образцов после экспозиции в климатической зоне ЮКС, что связано с более высоким влагосодержанием образцов в нативном состоянии после экспозиции во влажном климате.

На стадии увлажнения можно заметить, что более высокие значения w_0^f и w_0^l и более низкое значение D_w^f наблюдаются для образцов углепластика КМКУ-3м в сравнении со значениями для углепластика и стеклопластика, изготовленных на основе

связующего ВСЭ-1212. Это явление показывает чувствительность данных показателей к составу ПКМ.

Согласно результатам обеих моделей, наибольшее значение коэффициента диффузии на стадии увлажнения для всех материалов наблюдается для образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС. На рис. 3 видно, как для некоторых материалов графики изменения массы образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС, заметно отделяются от общего пучка. Данное явление можно объяснить наибольшей агрессивностью атмосферы в теплом и влажном климате г. Геленджика [19]. Термовлажностное старение, а также высокие дозы солнечной радиации приводят к наибольшей деградации материала, которая сказывается в том числе и на способности материала сопротивляться влагонасыщению [30, 35]. Таким образом, среди образцов, прошедших экспозицию, наименьшие значения D_w^f наблюдаются для образцов из г. Москвы и г. Звенигорода с наиболее мягкими условиями в сравнении с остальными климатическими зонами.

В случае стеклопластика ВПС-48/7781 эффект экспозиции (независимо от климатической зоны) приводит к росту значения коэффициента диффузии на стадии увлажнения, однако для углепластика КМКУ-3м (за исключением образцов после экспозиции в климатической зоне ЮКС) этот показатель снижается после старения. Данный феномен можно объяснить протеканием доотверждения и другими процессами, которые способны вызывать улучшение свойств материала на ранних этапах старения [40]. Факт того, что образцы КМКУ-3м, прошедшие экспозицию в наиболее жестких условиях климатической зоны ЮКС, сорбируют влагу активнее, подтверждает данную теорию.

При сравнении изменения свойств стеклопластика ВПС-48/7781 и углепластика ВКУ-39, изготовленных на одном связующем ВСЭ-1212, можно заметить, что, несмотря на заметно бóльшие значения коэффициента диффузии для углепластика ВКУ-39 в исходном состоянии, данный материал демонстрирует более высокую устойчивость к старению. Таким образом, если для образцов стеклопластика ВПС-48/7781 после экспозиции значения D_w^f в среднем увеличились на 193 %, то для углепластика ВКУ-39 данная характеристика возросла всего на 19 %, а без учета образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС, значения D_w^f для углепластика ВКУ-39 до и после экспозиции колеблются в пределах погрешности (2 %).

В случае стеклопластика ВПС-48/7781 наивысшее значение предельного влагонасыщения на стадии увлажнения имеют образцы, прошедшие экспозицию в климатической зоне ЮКС. Это явление может быть связано с наибольшей поврежденностью данного материала, что приводит к бóльшему количеству пустот. В случае образцов из углепластика разница в значениях предельного влагосодержания для образцов в исходном состоянии и после старения не такая выраженная, что указывает на более высокую устойчивость к старению по сравнению со стеклопластиком. Однако следует отметить, что наибольшие значения параметра w_0^f наблюдаются для всех ПКМ после старения в климатической зоне ЮКС, а наименьшие – после экспозиции в климатической зоне МКС.

Как отмечалось ранее, помимо измерения массы образцов, в ходе эксперимента также регулярно измеряли модуль сдвига G в качестве характеристики механического состояния материалов. Значения модуля сдвига в плоскости листа для образцов в нативном, высушенном и увлажненном состояниях представлены на рис. 4.

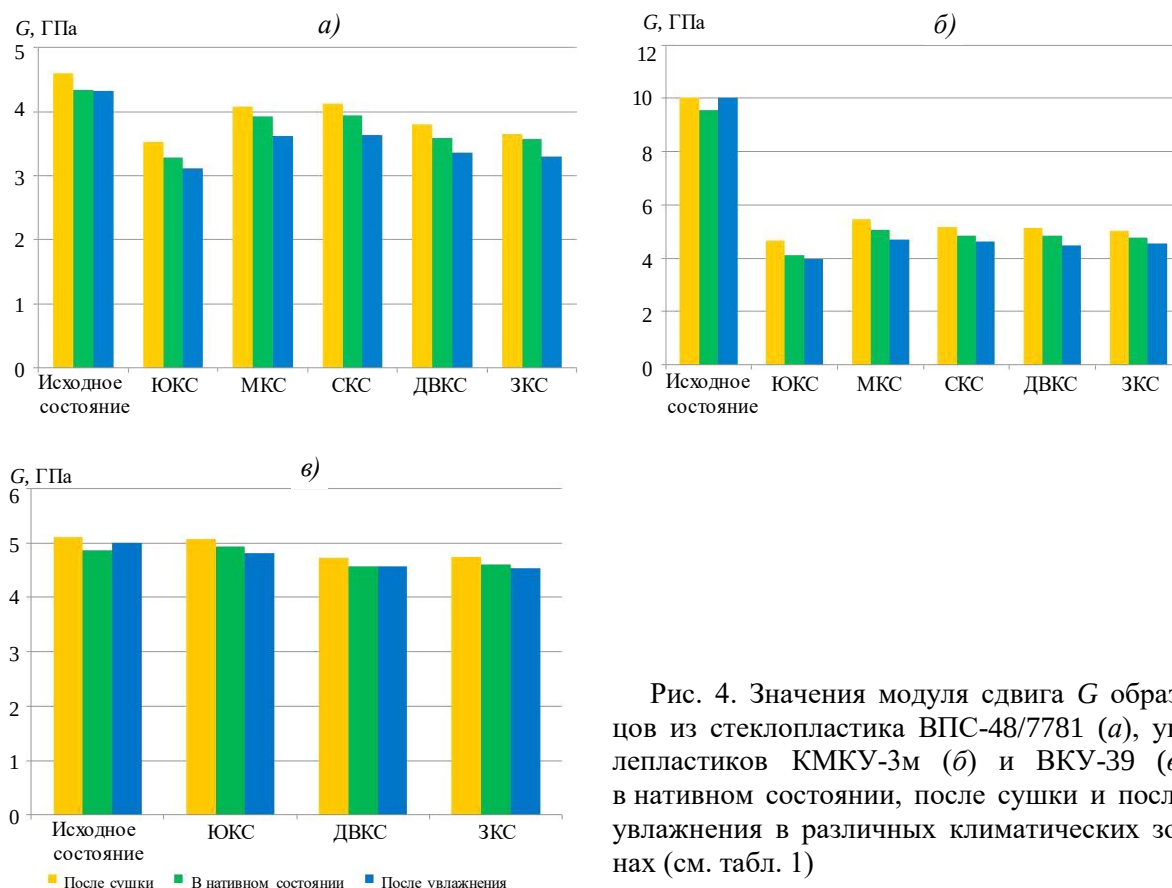


Рис. 4. Значения модуля сдвига G образцов из стеклопластика ВПС-48/7781 (а), углепластиков КМКУ-3м (б) и ВКУ-39 (в) в нативном состоянии, после сушки и после увлажнения в различных климатических зонах (см. табл. 1)

Видно, что сушка образцов, приводящая к удалению влаги, выступающей в роли пластификатора, обеспечивает рост показателя G для всех образцов, а увлажнение закономерно приводит к снижению значений G . Однако в случае образцов в исходном состоянии при увлажнении наблюдается увеличение данного показателя, что может быть связано с более высокой устойчивостью к пластификации образцов, не подвергшихся старению, а также с процессом доотверждения, инициируемым повышенной температурой и влагой [41].

В случае полимерных композитов ВПС-48/7781 и КМКУ-3м наблюдается заметное снижение модуля сдвига после экспозиции во всех зонах. При этом данный эффект отражается во всех трех состояниях. Наиболее выраженное снижение свойств относительно этих двух материалов в исходном состоянии наблюдается для образцов после экспозиции в климатической зоне ЮКС. В случае углепластика ВКУ-39 наименьшие значения параметра G наблюдаются для образцов после экспозиции в климатической зоне ДВКС. В то же время для этого углепластика после экспозиции в климатической зоне ЮКС наблюдается наибольшее снижение показателя G при увлажнении.

Для более детального изучения зависимости изменения модуля сдвига от продолжительности экспозиции построены кинетические диаграммы $\Delta G(t)$ для разных материалов, которые представлены на рис. 5.

В случае образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС, наблюдается зеркальная зависимость относительно изменения влагосодержания (рис. 2, а). Таким образом, при наибольшем влагонасыщении для образцов углепластика КМКУ-3м происходит наибольшее снижение параметра ΔG , меньше — для стеклопластика

ВПС-48/7781, а наименее выраженное снижение значений ΔG при наименьшем возрастании массы – для образцов углепластика ВКУ-39. В случае образцов в исходном состоянии (особенно для углепластиков) на этапе увлажнения после снижения значения ΔG происходит возрастание данного показателя, что также может быть связано с процессами доотверждения. Таким образом, при сопоставлении зависимостей $\Delta m(t)$ и $\Delta G(t)$ для материалов в исходном состоянии (рис. 2, а и рис. 5, а) можно заметить обратную зависимость: при наибольшем влагопоглощении образцов углепластика КМКУ-3м наблюдается наименьшее снижение параметра ΔG , что демонстрирует наибольшую устойчивость данного материала к пластифицирующему действию влаги.

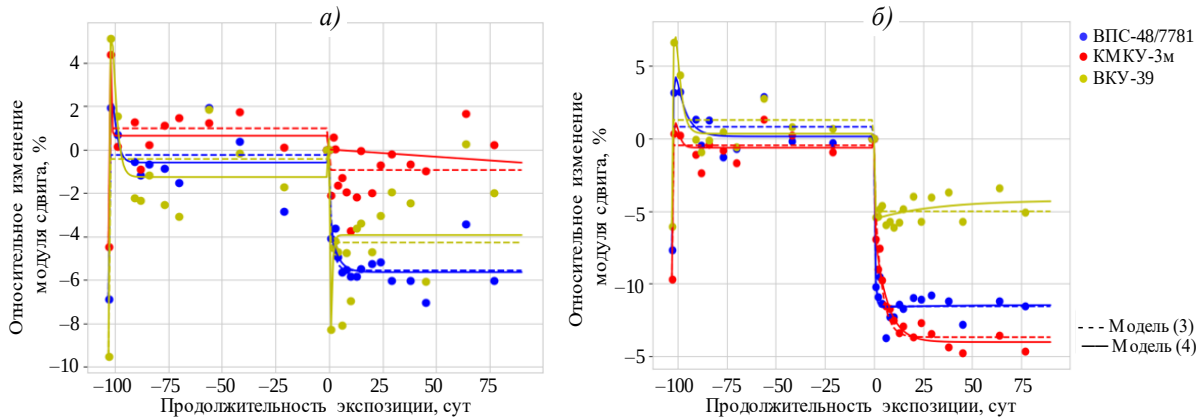


Рис. 5. Кинетика изменения модуля сдвига образцов из полимерных композиционных материалов в исходном состоянии (а) и после предварительной экспозиции в течение 6 лет в климатической зоне ЮКС (б)

Фронт влаги, поглощаемой материалом при увлажнении в соответствии с моделями (1) и (2), является также фронтом изменения ее пластифицирующего действия. Исходя из этой теории, изменение параметра ΔG должно происходить по тем же законам, что и показателя Δm :

$$\begin{aligned} \Delta G^f(t) &= \Delta G_0^f (1 - 8SUM_r); \\ SUM_r &= \sum_{r=0}^{\infty} \frac{\exp[-n_r^2 d_r t]}{n_r^2}; \\ d_r &= D_g / r^2; n_r = (2r + 1); \frac{1}{r^2} = \frac{1}{L'^2} + \frac{1}{L''^2} + \frac{1}{h^2}; \end{aligned} \quad (3)$$

$$\Delta G^l(t) = \frac{\beta}{\gamma + \beta} \Delta G^f(t) + \Delta G_0^l \left(1 - \frac{\gamma}{\gamma + \beta} \exp[-\beta t] - \frac{\beta}{\gamma + \beta} \right), \quad (4)$$

где ΔG_0 – предельное значение параметра ΔG , %; D_g – скорость изменения параметра ΔG , сут⁻¹ (верхние индексы f и l соответствуют моделям (3) и (4)).

На рис. 6 представлены диаграммы параметра $\Delta G(t)$, аппроксимированные с помощью моделей (3) и (4), для образцов из разных климатических зон, сгруппированных по материалам. В табл. 3 приведены значения параметров, полученных в результате применения моделей (3) и (4) (аналогично табл. 2).

Среднее значение коэффициентов достоверности аппроксимации данных, полученных на обеих стадиях кондиционирования, составило 0,85 для модели (3) и 0,91 для модели (4). Для всех образцов (рис. 6) на начальном этапе сушки после резкого возрастания значений ΔG наблюдается постепенное снижение данного показателя до определенного уровня, на котором значение ΔG сохраняется до этапа увлажнения. Образующийся в результате пик, хорошо описывается моделью (4), в отличие от модели (3), описывающей монотонный рост или снижение показателя, что и приводит к возрастанию параметра R^2 при усложнении аналога модели Фика (3) до аналога модели Ленгмюра (4). На начальном этапе увлажнения для образцов углепластика ВКУ-39 (рис. 6, в) наблюдается аналогичный пик, что также сказывается на заметном снижении параметра R^2 при использовании модели (3). При переходе к модели (4) для данного углепластика также наблюдается заметное возрастание коэффициента R^2 .

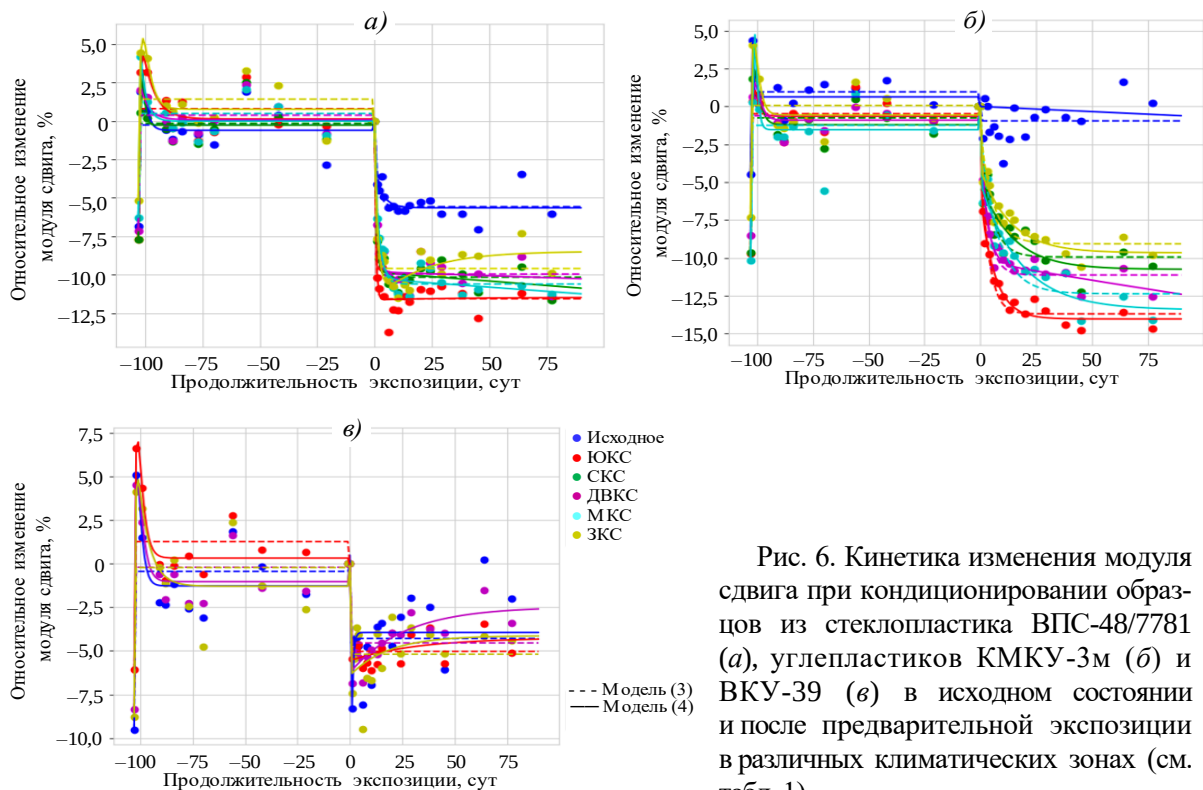


Рис. 6. Кинетика изменения модуля сдвига при кондиционировании образцов из стеклопластика ВПС-48/7781 (а), углепластиков КМКУ-3м (б) и ВКУ-39 (в) в исходном состоянии и после предварительной экспозиции в различных климатических зонах (см. табл. 1)

Описанное возрастание показателя ΔG , которое может происходить в результате протекания процессов доотверждения, также приводит к заметному снижению значений R^2 для образцов в исходном состоянии. Таким образом, среднее значение коэффициента R^2 , посчитанное только для образцов после экспозиции, при использовании моделей (3) и (4) составляет 0,89 и 0,95 соответственно, а среднее значение R^2 только для образцов стеклопластика ВПС-48/7781 и углепластика КМКУ-3м после экспозиции составляет 0,95 и 0,97.

Скорость изменения показателя ΔG выражается показателем D_g (аналогом коэффициента диффузии). В соответствии с результатами расчета по модели (3), параметр D_g^f на этапе сушки увеличивается после экспозиции для всех материалов, а при увлажнении среди экспонированных образцов стеклопластика ВПС-48/7781 и углепластика КМКУ-3м наибольшие значения D_g^f достигаются для образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС. Следует отметить, что в сравнении с остальными ПКМ для образцов ВКУ-39 наблюдается наибольшее значение D_g^f на стадии увлажнения.

Таблица 3

Результаты моделирования данных изменения модуля сдвига для образцов из стеклопластика ВПС-48/7781, углепластиков КМКУ-3м и ВКУ-39 в исходном состоянии и после экспозиции в различных климатических зонах с помощью моделей (3) и (4)

Зона экспозиции (см. табл. 1)	Материал	Аналог модели Фика (3)					Аналог модели Ленгмюра (4)				
		R^2	Сушка		Увлажнение		R^2	Сушка		Увлажнение	
			ΔG_0^f , %	D_g^f , мм ² /сут	ΔG_0^f , %	D_w^f , мм ² /сут		ΔG_0^l , %	D_g^l , мм ² /сут	ΔG_0^l , %	D_g^l , мм ² /сут
Исходное состояние	ВПС-48/7781	0,86	6,77	11,08	-5,57	0,25	0,90	6,91	0,38	-5,65	4,60
	КМКУ-3м	0,48	5,59	10,50	-0,95	7,96	0,54	0,05	1,40	53,18	0,00
	ВКУ-39	0,52	9,30	13,05	-4,29	14,39	0,72	9,39	0,38	-3,95	0,58
ЮКС	ВПС-48/7781	0,96	8,69	16,48	-11,57	0,70	0,98	8,17	0,62	-11,48	0,67
	КМКУ-3м	0,98	9,44	10,75	-13,70	0,11	0,99	9,69	0,40	-14,04	1,34
	ВКУ-39	0,81	7,52	14,91	-5,03	19,59	0,95	7,36	0,32	-4,25	1,66
СКС	ВПС-48/7781	0,97	7,73	12,23	-10,16	0,41	0,97	0,13	0,57	-94,27	0,48
	КМКУ-3м	0,91	9,09	10,94	-9,95	0,08	0,95	9,22	0,36	-10,76	4,84
ДВКС	ВПС-48/7781	0,97	7,68	18,13	-9,96	0,34	0,97	7,44	7,01	-16,32	0,36
	КМКУ-3м	0,97	8,11	18,29	-11,13	0,11	0,98	8,23	0,34	-28,69	0,14
	ВКУ-39	0,68	8,34	13,05	-4,55	9,05	0,91	8,56	0,27	-2,47	6,10
МКС	ВПС-48/7781	0,96	6,93	15,45	-10,61	0,20	0,98	6,55	14,06	-100,0	0,23
	КМКУ-3м	0,91	9,15	20,20	-12,37	0,05	0,94	0,41	0,48	-13,44	6,35
ЗКС	ВПС-48/7781	0,94	6,74	15,19	-9,60	0,51	0,97	6,61	0,28	-8,48	0,24
	КМКУ-3м	0,90	7,56	15,40	-9,07	0,07	0,96	7,60	0,36	-9,66	4,65
	ВКУ-39	0,64	8,76	13,75	-5,19	25,04	0,79	7,89	0,70	-4,13	15,21

Другим параметром, демонстрирующим чувствительность к влиянию экспозиции в различных климатических зонах на склонность к пластификации материалов при увлажнении, является ΔG_0 . На стадии сушки за некоторым исключением наблюдаются схожие значения данного показателя для всех образцов, что свидетельствует об одинаковом содержании влаги независимо от исследуемого материала и зоны экспозиции. Сравнение значений ΔG_0 на стадии увлажнения для образцов полимерных композитов ВПС-48/7781, КМКУ-3м и ВКУ-39 в исходном состоянии и после экспозиции в различных климатических зонах представлено на рис. 7.

Видно, что в исходном состоянии наименьшее максимальное изменение модуля сдвига в соответствии с моделью (3) наблюдается для образцов углепластика КМКУ-3м, а в соответствии с прогнозом модели (4) на стадии увлажнения для данных образцов происходит активное возрастание значений модуля сдвига. Данное явление показывает, что, несмотря на наиболее активный набор массы при увлажнении и максимальное значение w_0 , в исходном состоянии данный материал демонстрирует наибольшую устойчивость к пластифицирующему действию влаги. В то же время

экспозиция приводит к неизбежному снижению показателя ΔG_0 . В соответствии с результатами моделей (3) и (4) для экспонированных образцов материал ВКУ-39 демонстрирует наименьшие значения $|\Delta G_0|$.

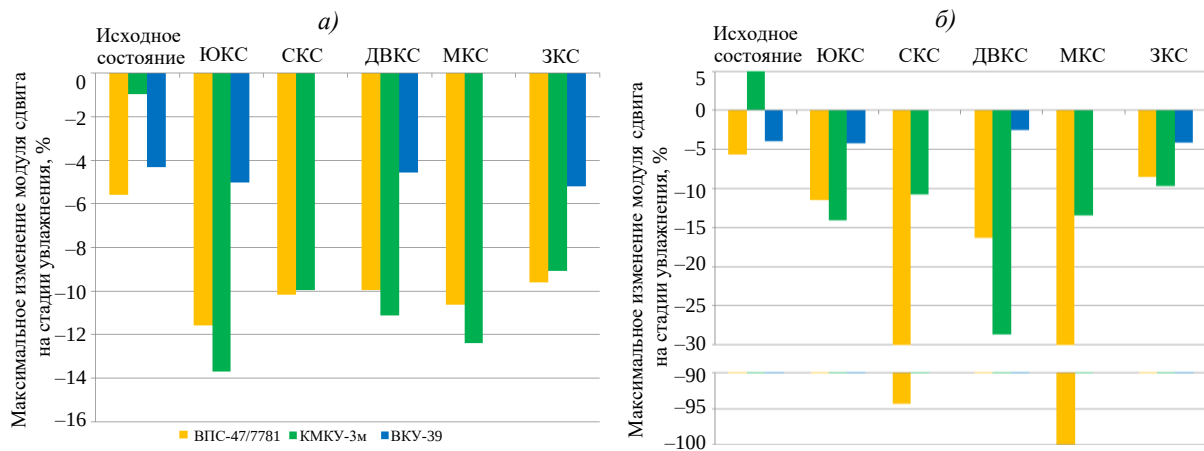


Рис. 7. Максимальное значение изменения модуля сдвига (ΔG_0) на стадии влагонасыщения в соответствии с моделями (3) (а) и (4) (б)

В случае применения модели (3) для образцов стеклопластика ВПС-48/7781 и углепластика КМКУ-3м наибольшие значения $|\Delta G_0|$ достигаются для образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС, а в случае применения модели (4), за исключением явных выбросов (образцы стеклопластика ВПС-48/7781 после экспозиции в климатических зонах СКС и МКС), наибольшее значение $|\Delta G_0|$ прогнозируется для образцов после экспозиции в климатических зонах ЮКС и ДВКС. Данное явление в очередной раз подтверждает влияние агрессивности приморской атмосферы на свойства ПКМ.

Заключения

Проведены исследования ПКМ авиационного назначения ВПС-48/7781, КМКУ-3м и ВКУ-39 в исходном состоянии и после 6 лет экспозиции в разных климатических зонах РФ. Изучены процессы влагонасыщения образцов при предварительной сушке и дальнейшем увлажнении при температуре 60 °С.

Установлено, что результаты изменения влагосодержания $w(t)$ хорошо описываются с помощью второго закона Фика (1) и модели Ленгмюра (2) – значение R^2 составило 0,997 и 1,000 соответственно. В большинстве случаев длительная экспозиция приводила к увеличению значений коэффициента диффузии и максимальному влагосодержанию на стадии увлажнения. На большинство показателей наибольшее влияние оказала экспозиция в агрессивных условиях г. Геленджика, а наименьшее – в более мягких условиях г. Москвы.

Установлено, что наибольшую устойчивость к сохранению модуля сдвига в плоскости листа при экспозиции демонстрирует углепластик ВКУ-39, а для стеклопластика ВПС-48/7781 и углепластика КМКУ-3м наибольшее снижение значений модуля упругости в нативном, высушенном и увлажненном состояниях наблюдается для образцов, прошедших экспозицию в климатической зоне ЮКС.

Результаты изменения показателя $\Delta G(t)$, полученные с высокой точностью неразрушающим методом, аппроксимированы с помощью моделей-аналогов второго закона Фика (3) и модели Ленгмюра (4). Средние значения R^2 данных моделей для всех

образцов составили 0,85 и 0,91 соответственно без учета диаграмм $\Delta G(t)$, на которых в конце стадии увлажнения наблюдается возрастание параметра G , связанное, по-видимому, с процессами доотверждения; параметр R^2 увеличивается до 0,95 и 0,97 соответственно.

Результаты расчета по моделям (3) и (4) показали, что среди исходных материалов образцы углепластика КМКУ-3м, несмотря на наибольшую склонность к влагопоглощению, на стадии увлажнения демонстрируют наибольшую способность к сопротивлению пластификации. Наибольшая устойчивость к старению, выраженная наименьшим изменением показателя ΔG_0 относительно исходного состояния, наблюдается для углепластика ВКУ-39. Установлено также, что среди различных климатических зон, экспозиция в условиях агрессивной влажной среды на Геленджикской и Дальневосточной климатических станциях вносит наибольший вклад в склонность к пластификации материалов.

Данная работа финансировалась за счет гранта Российского научного фонда № 24-19-00009.

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: 06.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. 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: 06.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
3. Raveendran P., Alagarsamy S.V., Chanakyan C. et al. A hybrid approach for prediction of machining performances of glass fiber reinforced plastic (Epoxy) composites // Surface Topography: Metrology and Properties. 2021. Vol. 9. No. 3. Art. 035046.
4. 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: 20.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-114-126.
5. Гуляев И. Н., Зеленина И. В., Валева Е. О., Хасков М. А. Влияние климатического старения на свойства высокотемпературных углепластиков // Труды ВИАМ. 2021. № 2 (96). С. 39–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-39-51.
6. Chauhan V., Kärki T., Varis J. Review of natural fiber-reinforced engineering plastic composites, their applications in the transportation sector and processing techniques // Journal of Thermoplastic Composite Materials. 2022. Vol. 35. No. 8. P. 1169–1209.
7. Huang S., Yan L., Kasal B., Wei Y. Moisture diffusion and tensile properties of epoxy-based and polyurethane-based flax-glass hybrid FRP under hygrothermal and weathering environments // Composites. Part B: Engineering. 2023. Vol. 267. Art. 111049.
8. Xu B., van den Hurk B., Liu T. et al. Effect of UV-water weathering on the mechanical properties of flax-fiber-reinforced polymer composites // Polymer Composites. 2024. Vol. 45. No. 5. P. 4266–4280.
9. Sawpan M.A., Alshahrani H., Kafi A. Durability of pultruded GFRP rebar subjected to natural weathering in alkaline solution for 10 years // Journal of Polymers and the Environment. 2023. Vol. 31. No. 3. P. 1090–1101.

10. Namrata B., Pai Y., Nair V.G. et al. Analysis of aging effects on the mechanical and vibration properties of quasi-isotropic basalt fiber-reinforced polymer composites // *Scientific Reports*. 2024. Vol. 14. No. 1. Art. 26730.
11. Kim J., Kang S., Seong I. et al. Advancing CFRP durability: Interfacial and weathering performance of epoxy and acrylic matrices // *Composites. Part B: Engineering*. 2025. Vol. 297. Art. 112315.
12. Semitekolos D., Konstantopoulos G., Trompeta A.F. et al. Mechanical Properties, Surface Assessment, and Structural Analysis of Functionalized CFRPs after Accelerated Weathering // *Polymers*. 2021. Vol. 13. No. 23. Art. 4092.
13. Nezafatkhal S., Margoto O.H., Sassani F., Milani A.S. Understanding natural and accelerated weathering degradation mechanisms of glass and natural fiber composites: A review // *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2025. Vol. 45. P. 1–23. DOI: 10.1177/07316844251337240.
14. Rohem Gualberto H., dos Reis J.M.L., Calixto de Andrade M. et al. Effect of outdoor environmental exposure on the mechanical behavior of steel/GFRP single-lap joints // *The Journal of Adhesion*. 2024. Vol. 100. No. 14. P. 1323–1346.
15. Nishizaki I., Sakuraba H., Tomiyama T. Durability of pultruded GFRP through ten-year outdoor exposure test // *Polymers*. 2015. Vol. 7. No. 12. P. 2494–2503.
16. Sousa J.M., Correia J.R., Cabral-Fonseca S. Durability of glass fibre reinforced polymer pultruded profiles: comparison between QUV accelerated exposure and natural weathering in a Mediterranean climate // *Experimental Techniques*. 2016. Vol. 40. No. 1. P. 207–219.
17. Srivabut C., Khamtree S., Homkhiew C. et al. Comparative effects of different coastal weathering on the thermal, physical, and mechanical properties of rubberwood–latex sludge flour reinforced with polypropylene hybrid composites // *Composites. Part C: Open Access*. 2023. Vol. 12. Art. 100383.
18. Rosa I.C., Castelo A., Sousa J.M. Natural Weathering of GFRP Structures: Case Studies, Data Survey, and Proposal of a Moisture Conversion Factor for Durability Design // *Journal of Composites for Construction*. 2024. Vol. 28. No. 6. Art. 04024063.
19. Евдокимов А.А., Петрова А.П., Павловский К.А., Гуляев И.Н. Влияние климатического старения на свойства ПКМ на основе эпоксивинилэфирного связующего // *Труды ВИАМ*. 2021. № 3 (97). С. 128–136. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-3-128-136.
20. Shi Y., Qin J., Tao Y. et al. Natural weathering severity of typical coastal environment on polystyrene: Experiment and modeling // *Polymer Testing*. 2019. Vol. 76. P. 138–145.
21. Starkova O., Aiello M.A., Aniskevich A. Long-term moisture diffusion in vinylester resin and CFRP rebars: A 20-year case study // *Composites Science and Technology*. 2023. Vol. 242. Art. 110167.
22. Osa-Uwagboe N., Silberschmidt V.V., Baxevanakis K.P., Demirci E. Effects of moisture absorption on penetration performance of FRP sandwich structures // *Composite Structures*. 2024. Vol. 344. Art. 118319.
23. Sugai M., Koyama M. Effect of moisture on interfacial and mechanical properties of GFRP containing particles of two sizes // *Results in Materials*. 2023. Vol. 17. Art. 100356.
24. Svetlik-Haley S., Karbhari V.M. Humidity and immersion based hygrothermal aging of pultruded GFRP composites: Moisture uptake and diffusion // *Journal of Composite Materials*. 2025. Vol. 59. No. 8. P. 991–1011.
25. Sun Y., Jin Z., Zhang X., Zhu D. Experimental and molecular dynamics study on the deterioration mechanism of GFRP bars in distilled water and salt solution environments // *Journal of Building Engineering*. 2022. Vol. 60. Art. 105224.
26. Wang P., Wu H.L., Leung C.K., Li W.W. Hygrothermal aging effects on the diffusion-degradation process of GFRP composite: Experimental study and numerical simulation // *Construction and Building Materials*. 2023. Vol. 379. Art. 131075.
27. Wang P., Wu H.L., Leung C.K. Hygrothermal aging effect on the water diffusion in glass fiber reinforced polymer (GFRP) composite: experimental study and numerical simulation // *Composites Science and Technology*. 2022. Vol. 230. Art. 109762.

28. da Silva G.A.S., d'Almeida J.R.M., Cardoso D.C.T. Investigation on moisture absorption behavior on GFRP and neat epoxy systems in hygrothermal salt fog aging // *Composites. Part B: Engineering*. 2024. Vol. 272. Art. 111214.
29. Старцева Л.Т., Панин С.В., Старцев О.В., Кротов А.С. Диффузия влаги в стеклопластики после их климатического старения // *Доклады академии наук*. 2014. Т. 456. № 3. С. 305–309.
30. Startsev V.O., Lebedev M.P., Khrulev K.A. Effect of outdoor exposure on the moisture diffusion and mechanical properties of epoxy polymers // *Polymer testing*. 2018. Vol. 65. P. 281–296.
31. Корниенко Г.В., Старцев О.В., Кротов А.С., Коваль Т.В. Моделирование зависимости модуля сдвига углепластика от времени увлажнения и влагосодержания // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 3 (80). С. 161–178. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-161-178.
32. Лебедев М.П., Старцев О.В., Корниенко Г.В. Диффузионная модель упругих свойств полимерных композиционных материалов во влажной среде // *Доклады Российской академии наук. Химия, науки о материалах*. 2024. Vol. 519. No. 1. P. 25–31.
33. 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 4. Натурные климатические испытания полимерных композиционных материалов на основе эпоксидной матрицы // *Труды ВИАМ*. 2016. № 6 (42). С. 93–108. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-6-11-11.
34. Куцевич К.Е., Дементьева Л.А., Лукина Н.Ф. Свойства и назначение полимерных композиционных материалов на основе клеевых препрегов // *Труды ВИАМ*. 2016. № 8 (44). С. 52–59. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-7-7.
35. Велигодский И.М., Коваль Т.В., Курносов А.О., Мараховский П.С. Исследование климатической стойкости образцов стеклопластика после натурной экспозиции в различных климатических зонах // *Труды ВИАМ*. 2022. № 11 (117). С. 134–148. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
36. Старцев В.О., Нечаев А.А. Влияние натурных и ускоренных климатических испытаний на прочность наномодифицированного углепластика // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 134–151. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 05.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-134-151.
37. Каблов Е.Н., Старцев В.О. Измерение и прогнозирование температуры образцов материалов при экспонировании в различных климатических зонах // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. № 4 (61). С. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-47-58.
38. Crank J. *The mathematics of diffusion*. Second edition. Oxford: Clarendon press, 1975. 414 p.
39. Carter H.G., Kibler K.G. Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins // *Open Journal of Composite Materials*. 1978. Vol. 12. P. 118–131.
40. Uzay C., Boztepe M.H., Bayramoğlu M., Geren N. Effect of post-curing heat treatment on mechanical properties of fiber reinforced polymer (FRP) composites // *Materials Testing*. 2017. Vol. 59. No. 4. P. 366–372.
41. Sambayi P.M.K., Heyns P.S. Effects of multiple post cure cycles on properties of composite carbon fibre and epoxy materials // *Journal of Composite Materials*. 2023. Vol. 57. No. 15. P. 2467–2481.

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: August 06, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. 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: August 06, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.

3. Raveendran P., Alagarsamy S.V., Chanakyan C. et al. A hybrid approach for prediction of machining performances of glass fiber reinforced plastic (Epoxy) composites. *Surface Topography: Metrology and Properties*, 2021, vol. 9, no. 3, art. 035046.
4. 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: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-5-114-126.
5. Gulyev I.N., Zelenina I.V., Valevin E.O., Khaskov M.A. Influence of climatic ageing on the properties of high-temperature carbon fiber reinforced plastics. *Trudy VIAM*, 2021, no. 2 (96), pp. 39–51. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-2-39-51.
6. Chauhan V., Kärki T., Varis J. Review of natural fiber-reinforced engineering plastic composites, their applications in the transportation sector and processing techniques. *Journal of Thermoplastic Composite Materials*, 2022, vol. 35, no. 8, pp. 1169–1209.
7. Huang S., Yan L., Kasal B., Wei Y. Moisture diffusion and tensile properties of epoxy-based and polyurethane-based flax-glass hybrid FRP under hygrothermal and weathering environments. *Composites. Part B: Engineering*, 2023, vol. 267, art. 111049.
8. Xu B., van den Hurk B., Liu T. et al. Effect of UV-water weathering on the mechanical properties of flax-fiber-reinforced polymer composites. *Polymer Composites*, 2024, vol. 45, no. 5, pp. 4266–4280.
9. Sawpan M.A., Alshahrani H., Kafi A. Durability of pultruded GFRP rebar subjected to natural weathering in alkaline solution for 10 years. *Journal of Polymers and the Environment*, 2023, vol. 31, no. 3, pp. 1090–1101.
10. Namrata B., Pai Y., Nair V.G. et al. Analysis of aging effects on the mechanical and vibration properties of quasi-isotropic basalt fiber-reinforced polymer composites. *Scientific Reports*, 2024, vol. 14, no. 1, art. 26730.
11. Kim J., Kang S., Seong I. et al. Advancing CFRP durability: Interfacial and weathering performance of epoxy and acrylic matrices. *Composites. Part B: Engineering*, 2025, vol. 297, art. 112315.
12. Semitekolos D., Konstantopoulos G., Trompeta A.F. et al. Mechanical Properties, Surface Assessment, and Structural Analysis of Functionalized CFRPs after Accelerated Weathering. *Polymers*, 2021, vol. 13, no. 23, art. 4092.
13. Nezafatkhah S., Margoto O.H., Sassani F., Milani A.S. Understanding natural and accelerated weathering degradation mechanisms of glass and natural fiber composites: A review. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2025, vol. 45, pp. 1–23. DOI: 10.1177/07316844251337240.
14. Rohem Gualberto H., dos Reis J.M.L., Calixto de Andrade M. et al. Effect of outdoor environmental exposure on the mechanical behavior of steel/GFRP single-lap joints. *The Journal of Adhesion*, 2024, vol. 100, no. 14, pp. 1323–1346.
15. Nishizaki I., Sakuraba H., Tomiyama T. Durability of pultruded GFRP through ten-year outdoor exposure test. *Polymers*, 2015, vol. 7, no. 12, pp. 2494–2503.
16. Sousa J.M., Correia J.R., Cabral-Fonseca S. Durability of glass fibre reinforced polymer pultruded profiles: comparison between QUV accelerated exposure and natural weathering in a Mediterranean climate. *Experimental Techniques*, 2016, vol. 40, no. 1, pp. 207–219.
17. Srivabut C., Khamtree S., Homkhiew C. et al. Comparative effects of different coastal weathering on the thermal, physical, and mechanical properties of rubberwood–latex sludge flour reinforced with polypropylene hybrid composites. *Composites. Part C: Open Access*, 2023, vol. 12, art. 100383.
18. Rosa I.C., Castelo A., Sousa J.M. Natural Weathering of GFRP Structures: Case Studies, Data Survey, and Proposal of a Moisture Conversion Factor for Durability Design. *Journal of Composites for Construction*, 2024, vol. 28, no. 6, art. 04024063.
19. Evdokimov A.A., Petrova A.P., Pavlovskiy K.A., Gulyaev I.N. The influence of climatic ageing on the properties of PCM-based epoxy resin systems. *Trudy VIAM*, 2021, no. 3 (97), pp. 128–136. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 08, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-3-128-136.

20. Shi Y., Qin J., Tao Y. et al. Natural weathering severity of typical coastal environment on polystyrene: Experiment and modeling. *Polymer Testing*, 2019, vol. 76, pp. 138–145.
21. Starkova O., Aiello M.A., Aniskevich A. Long-term moisture diffusion in vinylester resin and CFRP rebars: A 20-year case study. *Composites Science and Technology*, 2023, vol. 242, art. 110167.
22. Osa-Uwagboe N., Silberschmidt V.V., Baxevanakis K.P., Demirci E. Effects of moisture absorption on penetration performance of FRP sandwich structures. *Composite Structures*, 2024, vol. 344, art. 118319.
23. Sugai M., Koyama M. Effect of moisture on interfacial and mechanical properties of GFRP containing particles of two sizes. *Results in Materials*, 2023, vol. 17, art. 100356.
24. Svetlik-Haley S., Karbhari V.M. Humidity and immersion based hygrothermal aging of pultruded GFRP composites: Moisture uptake and diffusion. *Journal of Composite Materials*, 2025, vol. 59, no. 8, pp. 991–1011.
25. Sun Y., Jin Z., Zhang X., Zhu D. Experimental and molecular dynamics study on the deterioration mechanism of GFRP bars in distilled water and salt solution environments. *Journal of Building Engineering*, 2022, vol. 60, art. 105224.
26. Wang P., Wu H.L., Leung C.K., Li W.W. Hygrothermal aging effects on the diffusion-degradation process of GFRP composite: Experimental study and numerical simulation. *Construction and Building Materials*, 2023, vol. 379, art. 131075.
27. Wang P., Wu H.L., Leung C.K. Hygrothermal aging effect on the water diffusion in glass fiber reinforced polymer (GFRP) composite: experimental study and numerical simulation. *Composites Science and Technology*, 2022, vol. 230, art. 109762.
28. da Silva G.A.S., d'Almeida J.R.M., Cardoso D.C.T. Investigation on moisture absorption behavior on GFRP and neat epoxy systems in hygrothermal salt fog aging. *Composites. Part B: Engineering*, 2024, vol. 272, art. 111214.
29. Startseva L.T., Panin S.V., Startsev O.V., Krotov A.S. Diffusion of moisture in fiberglass after their climatic aging. *Doklady akademii nauk*, 2014, vol. 456, no. 3, pp. 305–309.
30. Startsev V.O., Lebedev M.P., Khrulev K.A. Effect of outdoor exposure on the moisture diffusion and mechanical properties of epoxy polymers. *Polymer testing*, 2018, vol. 65, pp. 281–296.
31. Kornienko G.V., Startsev O.V., Krotov A.S., Koval T.V. Dependence modeling of the CFRP shear modulus on moisture content. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 161–178. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-161-178.
32. Lebedev M.P., Startsev O.V., Kornienko G.V. Diffusion model of elastic properties of polymer composite materials in a humid environment. *Doklady Rossiyskoy akademii nauk. Khimiya, nauki o materialakh*, 2024, vol. 519, no. 1, pp. 25–31.
33. Nikolaev E.V., Barbotko S.L., Andreeva N.P., Pavlov M.R., Grashchenkov D.V. Complex research of influence of climatic and operational factors on new generation epoxy binding and polymeric composite materials on its basis. Part 4. Natural climatic tests of polymeric composite materials on the basis of epoxy matrix. *Trudy VIAM*, 2016, no. 6, pp. 93–108. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-6-11-11.
34. Kutsevich K.E., Dementeva L.A., Lukina N.F. Properties and application of polymer composite materials based on glue prepregs. *Trudy VIAM*, 2016, no. 8, pp. 52–59. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-7-7.
35. Veligodskiy I.M., Koval T.V., Kurnosov A.O., Marakhovskiy P.S. Study of resistance of glass fiber reinforced plastic to natural weathering in different climatic conditions. *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), pp. 134–148. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-134-148.
36. Startsev V.O., Nechaev A.A. The influence of natural and accelerated weathering on the nanomodified CFRP'S strength. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 134–151. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 05, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-134-151.

37. Kablov E.N., Startsev V.O. Measurement and forecasting of materials samples' temperature during weathering in different climatic zones. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 4 (61), pp. 47–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-47-58.
38. Crank J. *The mathematics of diffusion. Second edition*. Oxford: Clarendon press, 1975, 414 p.
39. Carter H.G., Kibler K.G. Langmuir-type model for anomalous moisture diffusion in composite resins. *Open Journal of Composite Materials*, 1978, vol. 12, pp. 118–131.
40. Uzay C., Boztepe M.H., Bayramoğlu M., Geren N. Effect of post-curing heat treatment on mechanical properties of fiber reinforced polymer (FRP) composites. *Materials Testing*, 2017, vol. 59, no. 4, pp. 366–372.
41. Sambayi P.M.K., Heyns P.S. Effects of multiple post cure cycles on properties of composite carbon fibre and epoxy materials. *Journal of Composite Materials*, 2023, vol. 57, no. 15, pp. 2467–2481.

Информация об авторах

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

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

Старцев Олег Владимирович, старший научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru; главный научный сотрудник, ИФТПС СО РАН, administration@iptpn.ysn.ru

Кротов Анатолий Сергеевич, старший научный сотрудник, к.ф.-м.н., ИФТПС СО РАН, administration@iptpn.ysn.ru

Information about the authors

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

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

Oleg V. Startsev, Senior Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru; Chief Researcher, IPTPN SB RAS, administration@iptpn.ysn.ru

Anatoliy S. Krotov, Senior Researcher, Candidate of Sciences (Phys. & Math.), IPTPN SB RAS, administration@iptpn.ysn.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 621.793

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-94-102

ВЛИЯНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО ПОТЕНЦИАЛА ПОДЛОЖКИ НА СОСТАВ И СТРУКТУРУ ОСАЖДАЕМОГО КОНДЕНСАТА В ИОННО-ПЛАЗМЕННОМ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМ ПРОЦЕССЕ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ NiCrAl

С.А. Будиновский¹, А.С. Бенклян¹, Е.Н. Азаровский¹, С.В. Татарников¹

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

Аннотация. Представлены результаты исследования влияния электрического потенциала подложки в диапазоне от 0 до 150 В на структуру и состав покрытий системы NiCrAl, легированных тугоплавкими металлами (Ta, Hf и Re). Показано, что скорость нанесения всех трех выбранных сплавов покрытий линейно снижается с ростом отрицательного потенциала подложки вплоть до нулевого значения при потенциале ~200 В, что связано с присутствием в плазме вакуумного дугового разряда высокоэнергетичных многозарядных ионов металлов. С ростом отрицательного электрического потенциала подложки элементный состав конденсата также изменяется.

Ключевые слова: жаропрочные никелевые сплавы, ионно-плазменные покрытия, вакуумный дуговой процесс

Для цитирования: Будиновский С.А., Бенклян А.С., Азаровский Е.Н., Татарников С.В. Влияние электрического потенциала подложки на состав и структуру осаждаемого конденсата в ионно-плазменном технологическом процессе нанесения покрытий системы NiCrAl // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 94–102. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-94-102.

Scientific article

THE EFFECT OF SUBSTRATE ELECTRICAL POTENTIAL ON THE COMPOSITION AND STRUCTURE OF DEPOSITED CONDENSATE IN THE ION-PLASMA PROCESS OF NiCrAl COATING

S.A. Budinovskiy¹, A.S. Benklyan¹, E.N. Azarovskiy¹, S.V. Tatarnikov¹

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

Abstract. The results of a study examining the effect of substrate electrical potential in the range from 0 to 150 V on the structure and composition of NiCrAl coatings alloyed with refractory metals (Ta, Hf, and Re) are presented. It is shown that the deposition rate of all three selected coating alloys decreases linearly with increasing substrate electrical potential, reaching zero at approximately 200 V. This is due to the presence of high-energy, multiply charged metal ions in the vacuum arc discharge plasma. The elemental composition of the condensate also changes with increasing substrate electrical potential.

Keywords: heat-resistant nickel alloys, ion-plasma coatings, vacuum arc process

For citation: Budinovskiy S.A., Benklyan A.S., Azarovskiy E.N., Tatarnikov S.V. The effect of substrate electrical potential on the composition and structure of deposited condensate in the ion-plasma process of NiCrAl coating. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 94–102. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-94-102.

Введение

Современные газотурбинные двигатели, применяемые как в авиации, энергетике, так и в промышленности, работают при чрезвычайно высоких температурах и нагрузках. Повышение термической эффективности и тяговых характеристик двигателя напрямую связано с ростом температуры газа перед турбиной, что требует применения жаростойких и коррозионностойких материалов и, соответственно, специальных технологий защиты поверхностей ответственных деталей турбины. Однако даже самые совершенные сплавы на основе никеля или кобальта не способны длительно выдерживать температуры, превышающие 1000–1100 °С, без потери механических свойств. Именно поэтому использование защитных покрытий на деталях горячего тракта газотурбинного двигателя является одним из ключевых направлений для повышения рабочих характеристик, ресурса и надежности газотурбинных установок в целом.

Горячий тракт двигателя включает камеру сгорания, направляющие и рабочие лопатки турбины, жаровые трубы, сопловые аппараты и другие элементы, непосредственно контактирующие с продуктами сгорания. Эти детали испытывают не только воздействие высоких температур, но и агрессивное влияние окислительной и коррозионной среды, термоциклических нагрузок и т. д. Без применения технологии защитных покрытий даже самые жаростойкие сплавы достаточно быстро деградируют.

Существенное значение имеет устойчивость покрытия к термоциклическим нагрузкам: в процессе запуска или остановки двигателя, при наборе или снижении мощности происходит быстрое изменение температуры, вызывающее термическое расширение различных слоев. Температура поверхностных слоев резко изменяется во временном интервале, исчисляемом в секундах, в то время как во внутренних частях деталей двигателя температура изменяется существенно медленнее, что вызывает неравномерное тепловое расширение всей конструкции в целом и создает внутренние напряжения на границе системы «подложка–покрытие», а это в свою очередь приводит к необходимости согласования температурных коэффициентов линейного расширения подложки и покрытия.

Применение защитных покрытий особенно важно для рабочих лопаток турбины, работающих в наиболее термически нагруженной зоне двигателя. Рабочая лопатка турбины высокого давления современного газотурбинного авиационного, энергетического или транспортного агрегата является наиболее ответственной деталью, ресурс работы которой зачастую определяет срок службы всего устройства в целом.

При эксплуатации покрытия могут повреждаться и/или терять свои защитные свойства. Важно отметить, что технология нанесения защитных покрытий позволяет полноценно реализовать комплексный ремонт деталей горячего тракта газотурбинного двигателя: после очистки поверхности деталей от нагара, продуктов газовой коррозии и отработанных покрытий, термической обработки (с целью восстановления структуры материала), дефектоскопического контроля, восстановления геометрической формы поврежденных участков поверхности и механической обработки возможно нанесение новых покрытий на поверхность ремонтируемой детали. Ремонтные технологии позволяют восстанавливать защитные свойства без полной замены дорогостоящих деталей, что существенно снижает стоимость жизненного цикла двигателя.

Применение защитных покрытий – один из ключевых факторов развития газотурбинных технологий. Они позволяют повысить рабочие температуры, увеличить ресурс деталей, снизить эксплуатационные расходы и улучшить экономические показатели двигателя. Без эффективных защитных покрытий дальнейшее совершенствование газотурбинных агрегатов было бы невозможно, так как именно защитные покрытия обеспечивают баланс между физическими пределами материалов и конструктивными требованиями к современным эффективным газовым турбинам различного назначения.

Для нанесения защитных покрытий различного назначения на поверхность деталей турбин в отечественном авиастроении применяют источники сильно ионизированной металлической плазмы вакуумного дугового разряда с расходуемым катодом из материала покрытия [1–7]. Высокая степень ионизации атомов металлов в плазме дугового разряда (90 % и более) позволяет эффективно управлять кинетической энергией ионов путем подачи отрицательного электрического потенциала на покрываемые детали относительно положительно заряженного «опорного» электрода в плазме разряда. В промышленности реализованы процессы нанесения покрытий из многокомпонентных сплавов металлов в условиях ионной бомбардировки конденсата, нанесения покрытий плазмохимическим способом в присутствии реакционноспособных газов, радиационно-стимулированной диффузии, каскадного перемешивания имплантируемых атомов и др. [8–11]. Наиболее подробно в научно-технической литературе представлены результаты исследований плазмохимических процессов нанесения в плазме вакуумной дуги твердых покрытий на основе карбидов и нитридов хрома, титана, алюминия и др. или их сплавов.

В данной статье представлены результаты исследований влияния отрицательного электрического потенциала подложки на состав и структуру конденсата в ионно-плазменном технологическом процессе нанесения защитных покрытий из многокомпонентных никелевых сплавов в диапазоне от 0 до 150 В. В научно-технической литературе отсутствует информация о влиянии отрицательного электрического потенциала подложки на свойства покрытий в этом диапазоне напряжений и соответствующих температур. Поэтому результаты исследований влияния электрического потенциала подложки на структуру и состав формирующихся в вакуумно-дуговом процессе конденсатов из сплавов для защиты лопаток турбин имеют практический интерес.

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

Материалы и методы

В работе исследовано влияние отрицательного электрического потенциала подложки в диапазоне от 0 до 150 В с шагом 50 В на структуру и состав трех никелевых сплавов для нанесения защитных покрытий на промышленных ионно-плазменных установках типа МАП с расходуемым катодом из материала покрытия, в том числе сплавов П1 (NiCrAlY), П2 (NiCrAlReHfY) и П3 (NiCrAlTaReHfY). Покрытия толщиной 60–80 мкм наносили на плоские образцы из жаропрочного никелевого сплава типа ЖС32 по серийной технологии, предусматривающей промывку образцов в органических растворителях, обдувку поверхности мелким корундом и травление поверхности образцов в плазме вакуумного дугового разряда в промышленной ионно-плазменной установке типа МАП перед нанесением покрытия [12–15]. После нанесения покрытий половину образцов каждого вида отжигали в вакууме в течение 3 ч при температуре 1050 °С и давлении 10^{-1} Па. Из образцов изготовлены шлифы для проведения металлографических исследований микроструктуры конденсата в исходном состоянии и после вакуумной термической обработки на оптическом (при увеличении $\times 500$) и электронном микроскопах.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены экспериментальные зависимости скорости нанесения покрытий из трех сплавов П1, П2 и П3 от величины электрического отрицательного потенциала подложки и результаты аппроксимации этих зависимостей линиями тренда. На рис. 1 также представлены уравнения линий тренда и коэффициенты детерминации R^2 . Для всех трех уравнений коэффициент детерминации составил от 0,95 до 0,99, что свидетельствует о достаточно высокой достоверности аппроксимации полученных данных. Видно, что скорость нанесения покрытий практически одинакова для всех трех

сплавов П1, П2 и П3 независимо от их элементного состава. С ростом величины отрицательного потенциала на подложке скорость напыления снижается и в диапазоне 150–200 В имеет нулевое значение для всех трех сплавов. В этом диапазоне значений электрического потенциала подложки количество конденсирующегося на подложке из металлической плазмы вакуумно-дугового разряда распыляемого материала покрытия равно количеству удаляемого под действием ионной бомбардировки многозарядными ионами материала конденсата. Аналогичные результаты получены для покрытия из сплава П3. Для дальнейших исследований влияния потенциала подложки на состав и структуру конденсатов выбран диапазон напряжений от 0 до 150 В с шагом 50 В.

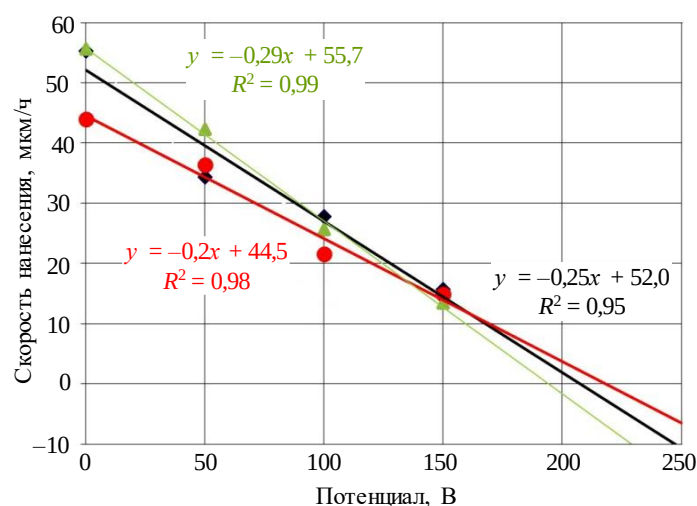


Рис. 1. Зависимости скорости нанесения покрытий из сплавов П1 (◆), П2 (●) и П3 (▲) от величины электрического потенциала подложки

Микроструктуры покрытий, полученных из сплава П1 и нанесенных при разных потенциалах подложки (0, 50, 100 и 150 В), в исходном состоянии и после термической обработки в вакууме представлены на рис. 2 и 3.

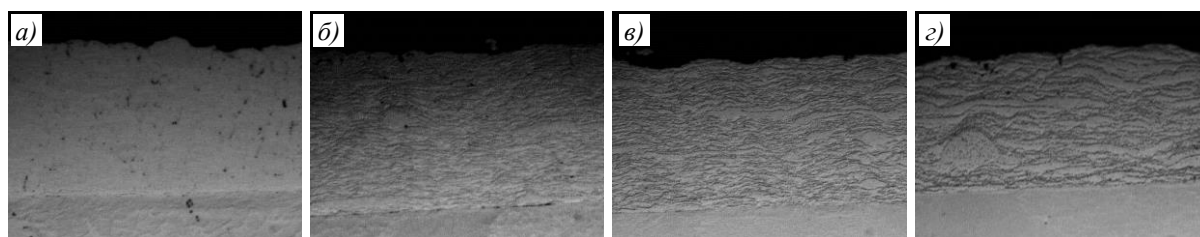


Рис. 2. Микроструктуры покрытий, полученных из сплава П1, при электрических потенциалах подложки 0 (а), 50 (б), 100 (в) и 150 В (г) без проведения вакуумной термообработки

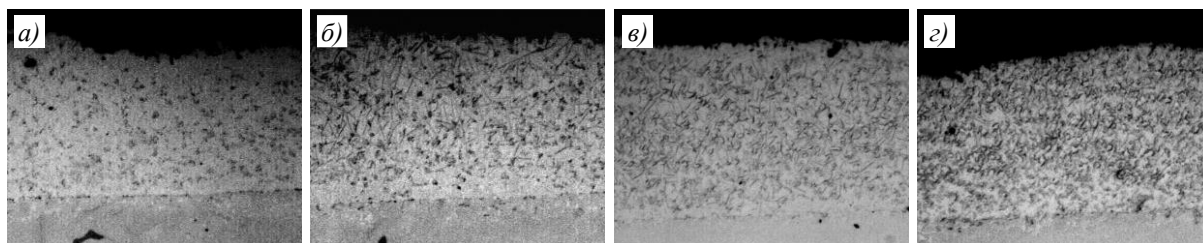


Рис. 3. Микроструктуры покрытий, полученных из сплава П1, при электрических потенциалах подложки 0 (а), 50 (б), 100 (в) и 150 В (г) после вакуумной термической обработки при температуре 1050 °С в течение 3 ч

Покрывание, нанесенное при нулевом электрическом потенциале подложки, имеет однородную гомогенную структуру (рис. 2, а). С ростом отрицательного электрического потенциала подложки в диапазоне от 50 до 150 В происходит ее дополнительный разогрев ускоренными ионами металлической плазмы вакуумно-дугового разряда, сопровождающийся однотипными фазовыми превращениями структуры (рис. 2, б–г). Структура осаждаемого конденсата трансформируется и становится двухфазной, состоящей из серой матрицы, по-видимому, на основе γ -фазы (NiCr) и более светлых плоских включений, представляющих собой застывшие металлические капли материала катода из сплава П1, которые всегда присутствуют в больших количествах в плазме вакуумного дугового разряда с горячим металлическим катодом. С ростом температуры конденсата происходит растворение мелких капель, а количество более крупных – увеличивается (рис. 2, б–г).

В конденсате покрытия, полученного из сплава П1, прошедшем вакуумную термическую обработку после нанесения покрытий при разных потенциалах подложки в диапазоне от 0 до 150 В, микроструктура покрытий изначально имеет хаотический смешанный характер и состоит из γ -фазы (NiCr) и α -Cr (рис. 3). Видно, что различия микроструктуры покрытий, полученных при потенциале 0 В до и после вакуумной термической обработки, минимальны (рис. 3, а, б).

Дальнейшие исследования проводили с использованием катодов из сплавов системы NiCrAl (сплавы П1 и П2), дополнительно легированных тугоплавкими элементами (рений, гафний, тантал), улучшающими защитные свойства жаростойких покрытий в области температур $>1100^\circ\text{C}$.

В таблице представлены составы осажденных конденсатов, полученных с использованием катодов из сплавов П1, П2 и П3 при разных значениях потенциала подложки (0, 50, 100 и 150 В).

**Элементный состав покрытий (конденсатов)
в зависимости от электрического потенциала подложки**

Покрывание	Потенциал подложки U , В	Элементы конденсата				
		Cr	Al	Ta	Re	Hf
П1	0	31,1/31,9	2,15/1,34	0	0	0
	50	33,2/32,6	1,76/2,96	0	0	0
	100	35,2/37,2	2,10/2,10	0	0	0
	150	36,9/34,75	1,70/1,99	0	0	0
П2	0	22,7/22,0	10,1/9,47	0	0,95/0,99	1,17/1,11
	50	26,9/26,0	6,1/5,99	0	0,75/0,99	1,36/1,09
	100	29,8/27,9	5,52/6,27	0	1,34/1,52	1,47/1,03
	150	29,2/27,6	6,51/5,33	0	1,68/1,53	1,77/1,07
П3	0	12,4/11,9	10,0/9,15	3,25/3,71	0,62/0,83	1,21/1,17
	50	14,7/14,19	5,74/6,27	4,16/4,37	0,78/0,88	1,44/1,05
	100	13,1/11,5	7,28/7,94	5,67/5,6	0,79/1,09	1,25/1,09
	150	7,69/5,95	7,94/9,59	6,51/6,82	1,85/1,25	1,97/1,3
Примечание. В числителе приведено содержание элемента в покрытии до вакуумной термической обработки, а в знаменателе – после такой обработки.						

Из представленных в таблице данных видно, что в условиях бомбардировки поверхности осаждаемого конденсата ионами атомов металлов, входящих в состав покрытия, возникает селективное (выборочное) катодное распыление алюминия. Эффект

имеет место как для осажденного конденсата в исходном состоянии, так и после проведения его вакуумной термической обработки.

В таблице представлен состав осажденного конденсата из сплава П2 для разных значений потенциала подложки. Несмотря на значительное увеличение в составе катода из сплава П2 алюминия (по сравнению с катодом из сплава П1) при приблизительно том же содержании хрома, доля алюминия – основного элемента, обеспечивающего жаростойкость покрытия, снижается в 2 раза в осажденном конденсате. В состав покрытия, полученного из сплава П3, для повышения циклической жаростойкости при температурах 1150 °С и более введены тантал, рений и гафний. По результатам анализа элементного состава покрытий, полученных из сплавов П2 и П3, представленных в таблице, рост потенциала подложки и вакуумная термическая обработка незначительно влияют на исходное содержание тантала, рения и гафния в исследуемых покрытиях.

На рис. 4 представлены микроструктуры покрытия из сплава П3, нанесенного при разных потенциалах подложки (0, 50, 100 и 150 В), в исходном состоянии. Микроструктура покрытий из сплава П3 без вакуумной термической обработки идентична двухфазной структуре покрытий, полученных из сплавов П1 и П2 при разных потенциалах подложки (рис. 4).

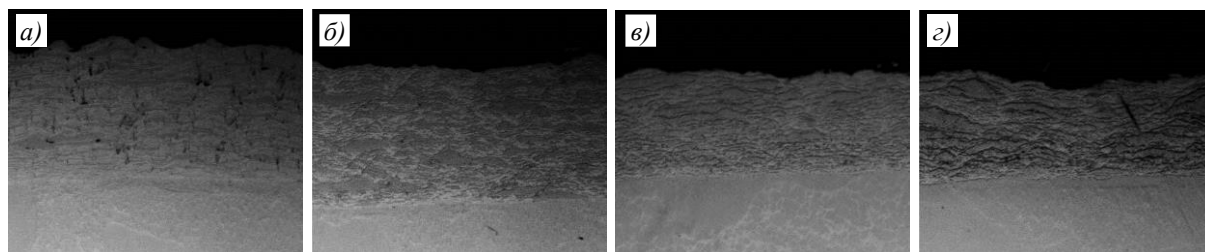


Рис. 4. Микроструктуры покрытий, полученных из сплава П3, при электрических потенциалах подложки 0 (а), 50 (б), 100 (в) и 150 В (г) без проведения вакуумной термической обработки

Несмотря на различия в элементных составах сплавов П1 и П2, осажденный конденсат из сплава П3 после вакуумной термической обработки имеет структуру, аналогичную покрытиям, полученным из сплавов П1 и П2 и характерную для сплавов системы NiCrAlY (рис. 5). Исследования эволюции микроструктуры покрытий, полученных из сплавов П1, П2 и П3, в зависимости от величины отрицательного электрического потенциала подложки показали их полную идентичность.

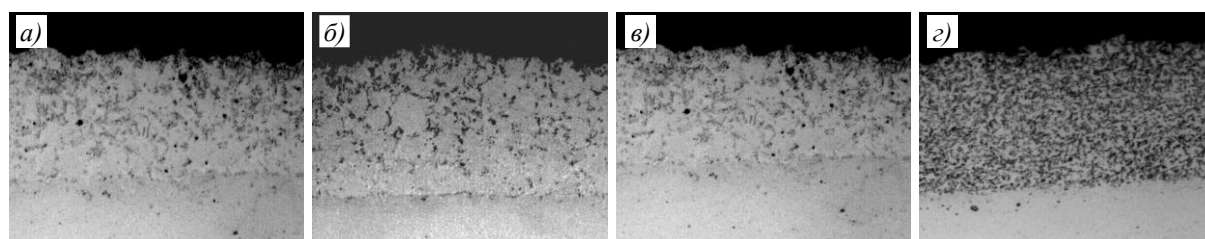


Рис. 5. Микроструктуры покрытий, полученных из сплава П3, при электрических потенциалах подложки 0 (а), 50 (б), 100 (в) и 150 В (г) после вакуумной термической обработки при температуре 1050 °С в течение 3 ч в вакууме

Результаты исследования элементного состава покрытий из сплава П3, дополнительно легированного танталом, показали, что наиболее заметное изменение в составе осаждаемого конденсата, как и в предыдущих случаях, в покрытиях претерпевает доля алюминия и хрома. Следует также отметить изменения состава покрытия, полученного

из сплава ПЗ, в сторону роста доли алюминия при потенциале 100–150 В. Очевидно, что при этом потенциале подложки ее температура достигает уровня, обеспечивающего повышение диффузионной подвижности алюминия и прирост доли алюминия в осажденном конденсате.

Заключения

По результатам совокупного анализа влияния отрицательного электрического потенциала подложки в диапазоне от 0 до 150 В на структуру и состав жаростойких покрытий из сплавов П1 (NiCrAlY), П2 (NiCrAlReHfY) и ПЗ (NiCrAlTaReHfY), полученных вакуумно-дуговым методом с расходуемым катодом, можно сделать следующие выводы:

- снижение содержания алюминия в жаростойких покрытиях системы NiCrAlY (по сравнению с долей алюминия в испаряемом сплаве катода), наносимых вакуумно-дуговым способом, связано с эффектом селективного катодного распыления алюминия (масса 27 а.е.м.) многозарядными ионами тугоплавких металлов (тантала, рения и гафния) из плазмы вакуумно-дугового разряда. В результате над поверхностью распыляемого катода присутствуют нейтральные атомы алюминия, перемещающиеся на периферию зоны распыления катода;

- наличие градиента концентрации нейтральных атомов алюминия вдоль поверхности катода вакуумно-дугового разряда необходимо учитывать при нанесении покрытий на крупногабаритные детали, соизмеримые с размером зоны испарения на катоде материала покрытия для получения конденсата требуемого состава.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Наука как отрасль экономики // Наука и жизнь. 2009. № 10. С. 6–10.
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. Мубояджян С.А., Каблов Е.Н. Ионное травление и модифицирование поверхности ответственных деталей машин в вакуумно-дуговой плазме // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Машиностроение. 2011. № SP2. С. 149–163.
4. Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. Теплозащитные покрытия с керамическим слоем пониженной теплопроводности на основе оксида циркония для лопаток турбины высокого давления перспективных ГТД // Материалы науч.-техн. конф. «Современные достижения в области создания перспективных неметаллических композиционных материалов и покрытий для авиационной и космической техники»: в 2 ч. М.: ВИАМ, 2015. Часть 2. Ст. 3.
5. Александров Д.А., Горлов Д.С. Исследования эрозионной стойкости и остаточных напряжений в слоистых ионно-плазменных покрытиях // Труды ВИАМ. 2022. № 12 (118). С. 87–95. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-87-95.
6. Доронин О.Н., Артеменко Н.И., Стехов П.А., Воронов В.А. Нанесение керамических слоев теплозащитных покрытий на основе систем $Gd_2O_3-ZrO_2-HfO_2$ и $Sm_2O_3-Y_2O_3-HfO_2$ // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 3 (68). С. 108–119. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-108-119.
7. Батраев И.С., Рыбин Д.К., Иванюк К.В. и др. Износостойкие детонационные покрытия на основе карбида вольфрама для авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). С. 92–109. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-92-109.

8. Александров Д.А., Артеменко Н.И. Износостойкие покрытия для защиты деталей трения современных ГТД // Труды ВИАМ. 2016. № 10 (46). С. 65–72. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-6-6.
9. Гончаров Б.Э., Сипатов А.М., Черкашнев Н.Н., Плескань А.Ю., Самохвалов Н.Ю., Ваганова М.Л., Сорокин О.Ю., Солнцев Ст.С., Евдокимов С.А. Исследование высокотемпературной термостойкости антиокислительного покрытия для керамического композиционного материала с многослойной структурой // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). С. 51–58. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-51-58.
10. Будиновский С.А., Бенклян А.С., Татарников С.В. Особенности рабочего процесса ионно-плазменной установки для нанесения защитных покрытий в сильноточном вакуумном дуговом разряде с бинарным расходуемым катодом и секционированным анодом // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 3 (80). С. 110–120. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-110-120.
11. Способ защиты лопаток газовых турбин: пат. 2404286 Рос. Федерация; заявл. 22.10.09; опубл. 20.11.10.
12. Способ нанесения защитных покрытий и устройство для его осуществления: пат. 2625698 Рос. Федерация; заявл. 29.08.16; опубл. 18.07.17.
13. Мубояджян С.А. Промышленное ионно-плазменное оборудование для нанесения защитных покрытий // Энциклопедия инженера-химика. 2012. № 5. С. 34–41.
14. Мубояджян С.А. Защитные покрытия для деталей горячего тракта ГТД // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2011. № 3. С. 26–30.
15. Мубояджян С.А., Будиновский С.А. Промышленная установка МАП–1 для нанесения защитных покрытий различного назначения // Авиационная промышленность. 1995. № 7–8. С. 44–48.

References

1. Kablov E.N. Science as a branch of the economy. *Nauka i zhizn*, 2009, no. 10, pp. 6–10.
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. Muboyadzhyan S.A., Kablov E.N. Ion etching and surface modification of critical machine parts in vacuum-arc plasma. *Vestnik MGTU im. N.E. Baumana. Ser.: Mashinostroenie*, 2011, no. SP2, pp. 149–163.
4. Kablov E.N., Muboyadzhyan S.A. Heat-protective coatings with a ceramic layer of low thermal conductivity based on zirconium oxide for high-pressure turbine blades of advanced gas turbine engines. *Proceedings of the sc. and tech. conf. «Modern achievements in the field of creating advanced non-metallic composite materials and coatings for aviation and space technology»*: in 2 parts. Moscow: VIAM, 2015, part 2, art. 3.
5. Alexandrov D.A., Gorlov D.S. The Research of erosion resistance and residual stresses in layered ion-plasma coatings. *Trudy VIAM*, 2022, no. 12 (118), pp. 87–95. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-87-95.
6. Doronin O.N., Artemenko N.I., Stekhov P.A., Voronov V.A. Deposition of ceramic layers of heat protection coatings based on the system $Gd_2O_3-ZrO_2-HfO_2$ and $Sm_2O_3-Y_2O_3-HfO_2$. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 108–119. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-108-119.
7. Batraev I.S., Rybin D.K., Ivanyuk K.V., Ulianitsky V.Yu., Shtertser A.A. Wear resistant detonation coatings based on tungsten carbide for aviation products. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), pp. 92–109. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 18577/2713-0193-2022-0-1-92-109.

8. Aleksandrov D.A., Artemenko N.I. Wear-resistant coatings to protect friction parts of modern gas turbine engines. *Trudy VIAM*, 2016, no. 10, pp. 65–72. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-10-6-6.
9. Goncharov B.E., Sipatov A.M., Cherkashneva N.N., Pleskan A.Yu., Samokhvalov N.Yu., Vaganova M.L., Sorokin O.Yu., Solntsev St.S., Evdokimov S.A. Studies of thermal shock resistance of an anti-oxidation coating for a multi-layered ceramic composite. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 51–58. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-51-58.
10. Budinovskiy S.A., Benklyan A.S., Tatarnikov S.V. Working process features of an ion-plasma installation for applying protective coatings in a high-current vacuum arc discharge with a binary consumable cathode and a partitioned anode. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 110–120. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-110-120.
11. *Method for protecting gas turbine blades*: pat. 2404286 Rus. Federation; appl. 22.10.09; publ. 20.11.10.
12. *Method of applying protective coatings and device for its implementation*: pat. 2625698 Rus. Federation; appl. 29.08.16; publ. 18.07.17.
13. Muboyadzhyan S.A. Industrial ion-plasma equipment for applying protective coatings. *Entsiklopediya inzhenera-khimika*, 2012, no. 5, pp. 34–41.
14. Muboyadzhyan S.A. Protective coatings for parts of the hot gas turbine tract. *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2011, no. 3, pp. 26–30.
15. Muboyadzhyan S.A., Budinovskiy S.A. MAP-1 industrial installation for applying protective coatings for various purposes. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1995, no. 7–8, pp. 44–48.

Информация об авторах

Будиновский Сергей Александрович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Бенклян Артем Сергеевич, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Азаровский Евгений Николаевич, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Татарников Сергей Владимирович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Sergey A. Budinovskiy, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Artem S. Benklyan, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgeniy N. Azarovskiy, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey V. Tatarnikov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 19.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 26.11.2025.
The article was submitted 19.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 26.11.2025.

Научная статья

УДК 666.1.056.8:539.231

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-103-112

ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ, ОПТИЧЕСКИЕ И ГИДРОФОБНЫЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК ОКСИДА ИНДИЯ–ОЛОВА, ПОЛУЧЕННЫХ МАГНЕТРОННЫМ РАСПЫЛЕНИЕМ

И.А. Сорокин¹, И.В. Мекалина¹

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

Аннотация. Тонкие пленки оксида индия–олова (ИТО) получили широкое распространение ввиду высокой прозрачности и достаточно низкого сопротивления. Для получения данных покрытий на актуальных гибких полимерных подложках нанесение необходимо проводить при комнатной температуре с тщательной оптимизацией его параметров. Представлены результаты получения тонких пленок ИТО на полиэтилентерефталатных и стеклянных подложках с помощью магнетронного распыления. Исследовано влияние потока кислорода на удельное сопротивление, спектральные оптические характеристики и гидрофобные свойства покрытий.

Ключевые слова: оксид индия–олова, магнетронное распыление, прозрачные проводящие покрытия, низкоэмиссионные покрытия, гидрофобные покрытия

Для цитирования: Сорокин И.А., Мекалина И.В. Электрофизические, оптические и гидрофобные свойства тонких пленок оксида индия–олова, полученных магнетронным распылением // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 103–112. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-103-112.

Scientific article

ELECTROPHYSICAL, OPTICAL AND HYDROPHOBIC PROPERTIES OF MAGNETRON SPUTTERED INDIUM TIN OXIDE THIN FILMS

I.A. Sorokin¹, I.V. Mekalina¹

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

Abstract. Indium tin oxide (ITO) thin films are widely spread due to their high visible transparency and relatively low resistivity. Deposition at room temperature with thorough parameters optimization is required to obtain such coatings on flexible polymer substrates. Current research presents the results of ITO thin films obtaining on polyethylene terephthalate and glass substrates by magnetron sputtering. The influence of oxygen flow on coating's resistivity, spectral optical characteristics and hydrophobic properties are investigated.

Keywords: indium tin oxide, magnetron sputtering, transparent conducting coatings, low-emissivity coatings, hydrophobic coatings

For citation: Sorokin I.A., Mekalina I.V. Electrophysical, optical and hydrophobic properties of magnetron sputtered indium tin oxide thin films. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 103–112. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-103-112.

Введение

Прозрачные проводящие оксиды вызывают значительный интерес в связи с их высоким пропусканием главным образом видимого излучения, сочетаемым с достаточно низким электрическим сопротивлением. Благодаря этим свойствам данные вещества широко используются в качестве прозрачных электродов и нагревателей, в производстве солнечных панелей, светодиодов, плоскопанельных дисплеев, энергосберегающих (низкоэмиссионных) стекол, различных электрохромных устройств и др. [1]. При этом наиболее часто в качестве прозрачного проводящего оксида выступает оксид индия–олова (Indium Tin Oxide – ИТО), что, помимо высокого уровня упомянутых свойств, обусловлено абразивной стойкостью, химической стабильностью и наименьшей требуемой температурой осаждения для веществ данного класса [2].

Среди способов получения тонких пленок ИТО обычно выделяют следующие: спрей-пиролиз, золь-гель процесс, магнетронное распыление, электронно-лучевое испарение, импульсное лазерное напыление и др. Исследователи отмечают хорошую воспроизводимость и контроль процесса, сравнительно низкую стоимость и высокое качество покрытий, полученных методом магнетронного распыления [3, 4], в связи с чем ему отдается предпочтение при выборе способа нанесения тонких пленок ИТО [5]. Следует отметить, что условия нанесения во многом определяют качество получаемых пленок, что подробно рассмотрено далее.

В последние годы возникает все больший интерес к использованию гибких материалов в различных областях [6–8]. В частности, в связи с быстрым развитием гибкой электроники стало актуальным получение ИТО-покрытий на различных полимерных подложках, в том числе на пленках из полиэтилентерефталата (ПЭТ) [9]. Однако производство таких изделий осложняется тем, что для получения структур с оптимальными свойствами необходима повышенная температура. Соответственно, в процессе получения покрытий подложки перегреваются, что недопустимо для пластиков. Неприменимы оказываются и традиционные методы термической постобработки – отжиг в печи или быстрый фотонный отжиг. В связи с этим критически важной при получении тонких пленок ИТО на полимерных подложках при комнатной температуре оказывается оптимизация параметров магнетронного распыления, что рассматривается в данной работе. С целью дальнейшего увеличения свойств в данном случае также можно использовать сравнительно новый метод импульсного фотонного отжига [10], который будет подробно рассмотрен в рамках будущих исследований.

Ключевым параметром тонкой пленки ИТО является удельное сопротивление. Данное вещество является сильно вырожденным полупроводником n -типа и в части электропроводности ведет себя подобно металлам, в связи с чем справедливым оказывается следующее выражение:

$$\rho = \frac{1}{\sigma} = \frac{1}{en_e\mu_e},$$

где ρ – удельное сопротивление, Ом·м; σ – проводимость, См/м; $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл – заряд электрона; n_e – концентрация электронов, м^{-3} ; μ_e – подвижность электронов, $\text{м}^2/(\text{В} \cdot \text{с})$.

Таким образом, на конечное удельное сопротивление влияет как концентрация, так и подвижность носителей. С целью понимания влияния параметров нанесения обратимся к упрощенной схеме строения кристаллического ИТО, представленной на рис. 1.

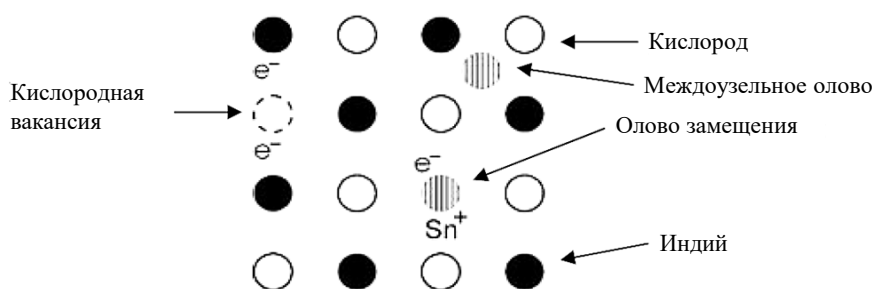


Рис. 1. Упрощенная схема структуры кристаллического ИТО [11]

Так, для кристаллического ИТО характерны следующие источники носителей:

- примеси замещения Sn^{4+} в решетке In_2O_3 ;
- кислородные вакансии в кристаллической решетке In_2O_3 ;
- разрушенные кластеры Sn-O (избыток кислорода при нанесении пленки может приводить к образованию кластеров, состоящих из двух замещающих катионов Sn^{4+} и аниона O^{2-} , находящегося в междоузельном положении) [11].

Однако исследования показывают, что в большинстве случаев при нанесении тонких пленок ИТО при комнатной температуре конечная структура оказывается в основном аморфной. В таком состоянии источники носителей менее ясны, однако считается, что ими являются кислородные дефекты, подобные вакансиям [12]. В связи с этим для получения удовлетворительной проводимости покрытия необходимо обеспечивать некоторую субстехиометричность.

Как упомянуто ранее, на конечное удельное сопротивление пленок также влияет подвижность носителей заряда. Ее в свою очередь лимитирует рассеяние на дефектах аморфной структуры или границах зерен, на ионизированных примесях, фононах и др. При этом считается, что наибольшее влияние оказывает рассеяние на ионизированных примесях [11, 13], что в случае нанесения при комнатной температуре относится главным образом к кислородным дефектам. Так, при изготовлении пленок с предельной проводимостью без постобработки необходимо выдерживать баланс между концентрацией носителей, обеспечиваемых ионизированными примесями, и снижением подвижности за счет рассеяния на данных дефектах.

Концентрация носителей и дефекты структуры также влияют на оптические свойства ИТО. Для большинства прозрачных проводящих оксидов характерны высокие значения поглощения в ультрафиолетовой (УФ) области спектра, отражения – в инфракрасной (ИК), пропускания – в видимой. УФ-поглощение связано с протеканием межзонных переходов в полупроводнике: начиная с фотонов с энергией, равной ширине запрещенной зоны, наблюдается резкое снижение пропускания. Причем с увеличением концентрации носителей из-за эффекта Бурштейна–Мосса край поглощения сдвигается в область коротких волн [11]. Поведение в ИК-области обусловлено взаимодействием излучения со свободными электронами, причем, чем выше их концентрация, тем сильнее отражение. На абсолютное значение пропускания в видимой области оказывают влияние эффекты рассеяния излучения, аналогичные рассмотренным ранее. Так, увеличение пропускания связывают с окисдированием кластеров Sn-O и возрастанием общей стехиометричности пленки [13]. В некоторых работах также отмечено повышение кристалличности покрытия при увеличении парциального давления кислорода, что, как считают авторы, также внесло вклад в возрастание прозрачности в видимом диапазоне [14].

В ходе нанесения ИТО при комнатной температуре с помощью магнетронного распыления все описанные моменты в основном определяются потоком натекания кислорода в вакуумную камеру, в связи с чем подробному изучению этого фактора уделено внимание в данной работе.

Кроме того, в открытой научно-технической литературе недостаточно освещено влияние условий нанесения на поверхностные свойства тонких пленок ИТО. Однако при этом упоминается, что они являются гидрофобными [15–17]. Для ряда областей применения актуально знание поверхностных свойств и методов воздействия на них [18], этому вопросу также уделено внимание в данной работе.

Далее представлены результаты исследований, направленных на получение тонких пленок ИТО с помощью магнетронного распыления при комнатной температуре как на гибких ПЭТ-подложках, так и на силикатном стекле. Изучено влияние потока натекающего кислорода в вакуумную камеру на электрофизические, оптические и гидрофобные свойства данных покрытий.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 15. «Наноструктурированные, аморфные материалы и покрытия» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [19].

Материалы и методы

Нанесение тонких пленок ИТО проводили с помощью импульсного (униполярные импульсы) магнетронного распыления из керамической мишени $\text{In}_2\text{O}_3:\text{SnO}_2$ (в соотношении 90:10 по массе) при комнатной температуре. При этом блок питания работал в режиме стабилизации тока с частотой следования импульсов 10 кГц и временем паузы 5 мкс. Как упомянуто ранее, свойства ИТО крайне чувствительны к потоку кислорода. В связи с этим условия нанесения варьировали с помощью его изменения при постоянстве других параметров (ток разряда, суммарное давление, остаточное давление). Результирующая толщина всех покрытий была практически одинаковой. В ходе процесса рабочее давление поддерживали постоянным с помощью изменения потока аргона, поток кислорода в течение отдельных процессов оставался постоянным. Скорость распыления дополнительно контролировали с помощью кварцевого датчика толщины.

Нанесение осуществляли на ПЭТ-подложки толщиной 125 мкм и силикатные предметные стекла толщиной 1 мм. Подложки предварительно проходили финишную обработку ионным пучком. Основные исследования проводили для гибких образцов на ПЭТ-подложках, а образцы на стеклах получены с целью измерения краевого угла смачивания.

Оптические свойства пленок ИТО на ПЭТ-подложках (отражение и пропускание) исследовали сразу после нанесения с помощью спектрофотометра с приставкой диффузного отражения. Толщину наносимых пленок d определяли по зарегистрированным спектрам отражения путем их сопоставления с данными, полученными при моделировании с применением программного обеспечения. Обе полученные спектральные характеристики использовали для расчета спектральных коэффициентов поглощения покрытий $\alpha_{coat}(\lambda)$, в том числе на длине волны 550 нм (α_{550}), по методике, подробно описанной в работе [20], а именно с использованием следующей формулы:

$$\alpha_{coat}(\lambda) = \frac{d_{sub}}{d_{coat}} [\alpha_{tot}(\lambda) - \alpha_{sub}(\lambda)],$$

где $\alpha_{coat}(\lambda)$ – спектральный коэффициент поглощения покрытия, см^{-1} ; d_{sub} , d_{coat} – толщина подложки и покрытия соответственно, см; $\alpha_{tot}(\lambda)$, $\alpha_{sub}(\lambda)$ – спектральный коэффициент поглощения системы «пленка–подложка» и чистой подложки соответственно, см^{-1} .

В свою очередь для оставшихся коэффициентов поглощения использовали следующую формулу:

$$\alpha_{tot(sub)}(\lambda) = \frac{1}{d_{tot(sub)}} \ln \left[\frac{1 - R_{tot(sub)}(\lambda)}{T_{tot(sub)}(\lambda)} \right],$$

где $d_{tot} = d_{sub} + d_{coat}$ – толщина системы «покрытие–подложка», см; $R_{tot(sub)}(\lambda)$ – спектр отражения системы «покрытие–подложка» (чистой подложки); $T_{tot(sub)}(\lambda)$ – спектр пропускания системы «покрытие–подложка» (чистой подложки).

Для получения значения удельного сопротивления пленок сразу после нанесения определяли их поверхностное сопротивление $R_{\square}$ четырехзондовым методом, после чего искомую величину рассчитывали по формуле

$$\rho = R_{\square} d.$$

Краевой угол смачивания (КУС) водой при комнатной температуре определяли для образцов на силикатном стекле с помощью метода лежащей капли. Объем капли составлял 10 мкл, КУС рассчитывался прибором автоматически на основании полученных фотографий.

Результаты и обсуждение

Полученные зависимости удельного сопротивления ρ и коэффициента поглощения на длине волны 550 нм α_{550} тонких пленок ИТО в зависимости от потока кислорода при нанесении представлены на рис. 2. Данные характеристики получены после предварительного снятия оптических спектров, некоторые из которых будут освещены далее.

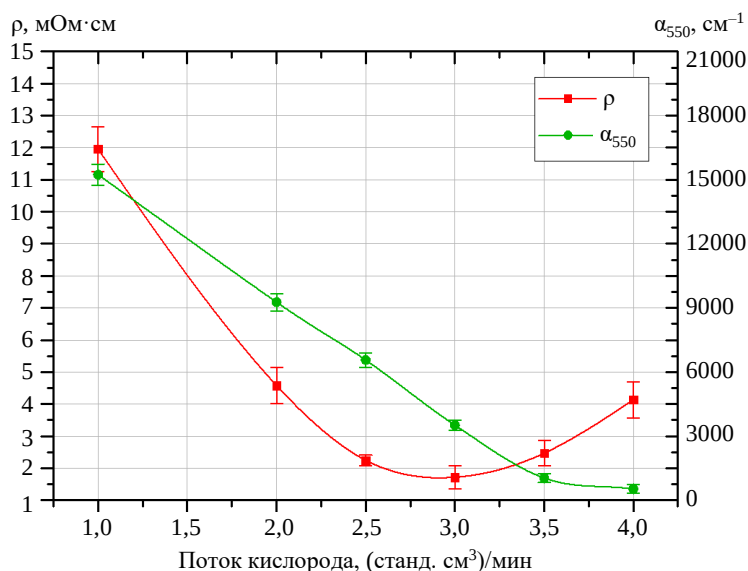


Рис. 2. Удельное сопротивление ρ и коэффициент поглощения на длине волны 550 нм α_{550} полученных покрытий

Показатель α_{550} монотонно уменьшался, что связано с образованием все более стехиометричной структуры и снижением количества дефектов, рассеивающих излучение.

Зависимость ρ имела форму «колодца». Ее условно можно разделить на три области. Первая область характеризуется недостатком кислорода, третья – его переизбытком. Вторая область представляет собой баланс между количеством дефектов структуры (главным образом, кислородных вакансий), являющихся донорами электронов, и

количеством актов рассеяния носителей заряда и излучения. Кроме того, с возрастанием потока кислорода возможно возникновение некоторой кристалличности структуры [14], что также положительно сказывается на удельном сопротивлении (в сравнении с первой областью) за счет активации примесных доноров Sn^{4+} . Таким образом, в данной работе минимальное удельное сопротивление ($\sim 1,72 \text{ мОм} \cdot \text{см}$) получено при оптимальном потоке кислорода 3 (станд. см^3)/мин. При этом значение α_{550} составило $\sim 3510 \text{ см}^{-1}$.

На рис. 3 приведены спектры пропускания и отражения для ряда образцов на ПЭТ-подложках.

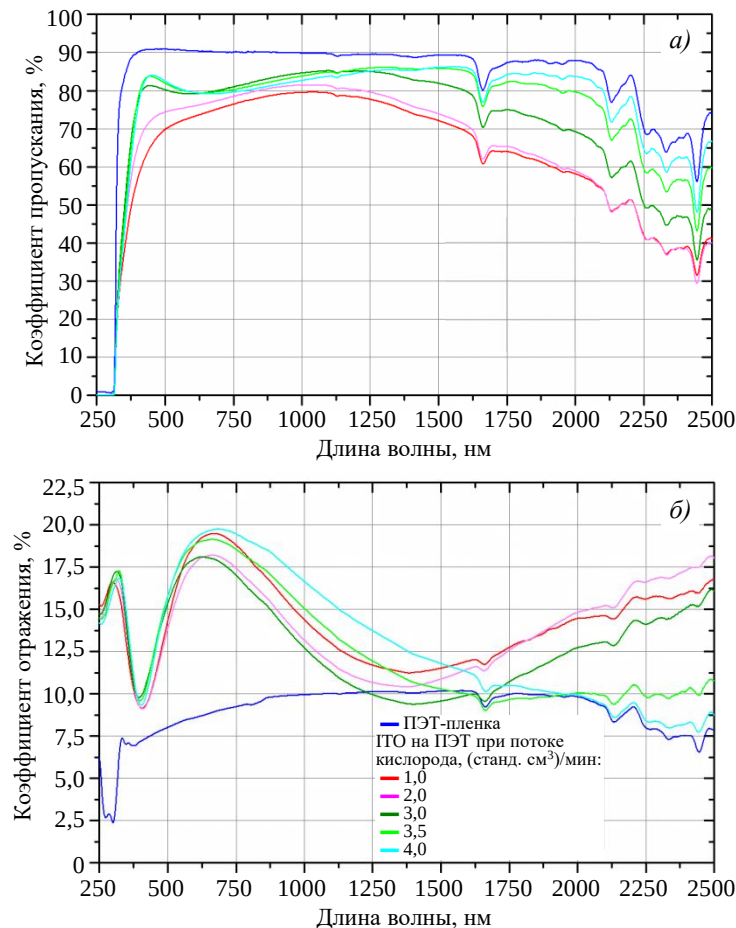


Рис. 3. Спектры пропускания (а) и отражения (б) образцов (ПЭТ – полиэтилентерефталат)

Из спектров пропускания образцов видно, что даже наименее оптимальный из них обладает достаточно высокой прозрачностью в видимом диапазоне (среднеинтегральный коэффициент пропускания в диапазоне длин волн 380–780 нм превышает 70 %). Следует отметить, что пропускание в видимом диапазоне можно увеличить, если задать толщину пленки ГТО на таком уровне, чтобы интерференционный минимум оказался в интересующей области, однако это не являлось целью данной работы. На рис. 3 также можно отметить снижение отражения в ИК-диапазоне при возрастании потока, связанное с заполнением кислородных вакансий, а следовательно, с уменьшением концентрации свободных электронов, ответственных за отражение в данной области. Незначительное отклонение от данного монотонного поведения для образца, полученного при потоке кислорода 2 (станд. см^3)/мин, можно объяснить упомянутым ранее возникновением кристалличности и вкладом некоторой активации примесей в концентрацию

электронов. В частности, возможность управления оптическими характеристиками в ИК-диапазоне оказывается незаменимой в случае применения ИТО в качестве низко-эмиссионного покрытия [21].

На рис. 4 приведена зависимость для КУС вблизи оптимального потока кислорода для покрытий, нанесенных на предметные стекла.

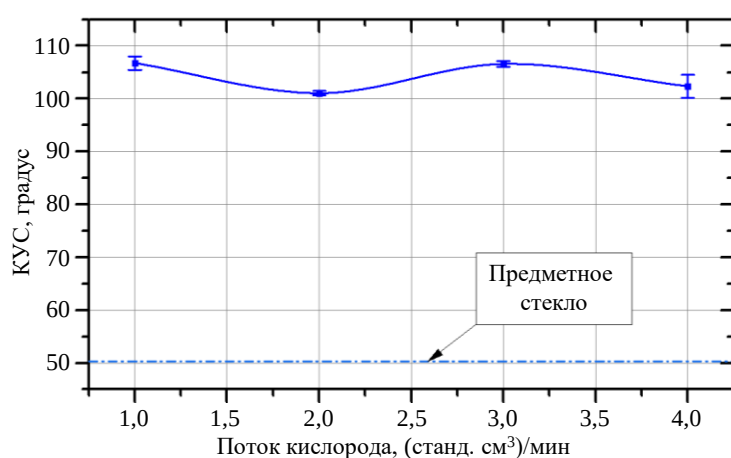


Рис. 4. Краевой угол смачивания (КУС) вблизи оптимального потока кислорода

Как видно из рис. 4, действительно, тонкие пленки ИТО проявляют гидрофобные свойства (значение КУС превышает 90 градусов) и позволяют повысить КУС деталей из силикатного стекла более чем в 2 раза (вплоть до 107 градусов при потоке кислорода 1 или 3 (станд. см³)/мин). При этом его зависимость от потока кислорода оказывается слабой и немонотонной.

Таким образом, нанесение данных покрытий может помочь снизить обледенение остекления или экранов приборов (водяные капли будут скатываться с поверхности). Более того, в силу высокой проводимости можно организовать подогрев изделия по всей поверхности, что позволит полностью предотвратить обледенение.

Следует отметить, что ожидалось монотонное увеличение КУС с возрастанием потока кислорода, а следовательно, с уменьшением концентрации кислородных вакансий. Считается, что данные дефекты могут взаимодействовать с водой в атмосфере, образуя ОН-группы, в результате чего повышается гидрофильность поверхности [22]. В связи с этим можно предположить, что данный механизм в случае ИТО оказывается незначительным.

Заключения

С помощью магнетронного распыления при комнатной температуре получены проводящие тонкие пленки ИТО с высокой прозрачностью в видимом диапазоне на ПЭТ-пленках и силикатных стеклах. Исследовано влияние потока натекающего кислорода в вакуумную камеру на характеристики покрытий, определено его оптимальное значение, составившее 3 (станд. см³)/мин. При этом получено минимальное для рассматриваемых условий удельное сопротивление $1,72 \text{ мОм} \cdot \text{см}$ при $\alpha_{550} = 3510 \text{ см}^{-1}$.

Кроме того, рассмотрено влияние потока кислорода на коэффициент отражения излучения в ИК-диапазоне. Показано, что его значение уменьшается с увеличением потока в связи с заполнением кислородных вакансий и снижением концентрации свободных электронов. Установлено, что тонкие пленки ИТО проявляют гидрофобные свойства, а нанесение такого покрытия позволяет увеличить КУС силикатного стекла вплоть до 107 градусов.

Полученные результаты можно использовать для изготовления различных гибких изделий на термочувствительных полимерных подложках: гибкие электроды, дисплеи и солнечные панели, носимые сенсоры, гибкие электронные компоненты и др. Умение управлять оптическими свойствами покрытия в ИК-диапазоне позволяет использовать ИТО для низкоэмиссионных приложений. Данные покрытия также можно применять для повышения гидрофобности остекления и экранов приборов для минимизации обледенения (или его предотвращения при пропускании тока через покрытие).

Список источников

1. Rebohle L., Prucnal S., Reichel D. Flash Lamp Annealing. From Basics to Applications. Cham: Springer Nature Switzerland, 2019. 288 p. DOI: 10.1007/978-3-030-23299-3.
2. Gordon R.G. Criteria for choosing transparent conductors // MRS Bulletin. 2000. Vol. 25. No. 8. P. 52–57. DOI: 10.1557/mrs2000.151.
3. Будиновский С.А., Доронин О.Н., Косьмин А.А., Бенклян А.С. Влияние состояния мишени системы Zr–Y–PЗМ на скорость ее распыления при нанесении керамического слоя ТЗП с помощью установки УОКС-3 // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). С. 85–92. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-85-92.
4. Сорокин И.А., Соловьянчик Л.В., Мекалина И.В., Цапенко А.Н. Оптически прозрачные полимерные пленки с антибликовым покрытием // Труды ВИАМ. 2025. № 2 (144). С. 89–99. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-89-99.
5. Tseng K.S., Lo Y.L. Effect of sputtering parameters on optical and electrical properties of ITO films on PET substrates // Applied surface science. 2013. Vol. 285. P. 157–166. DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.08.024.
6. Liu H., Wang L., Lin G., Feng Y. Recent progress in the fabrication of flexible materials for wearable sensors // Biomaterials Science. 2022. Vol. 10. No. 03. P. 614–632. DOI: 10.1039/d1bm01136g.
7. Зуев А.В., Заричняк Ю.П., Баринов Д.Я., Краснов Л.Л. Исследование теплофизических свойств гибкого теплоизоляционного материала // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 119–126. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-119-126.
8. Бабашов В.Г., Степанова Е.В., Зимичев А.М., Басаргин О.В. Оксидные непрерывные волокна как компонент гибкой высокотемпературной изоляции // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 34–43. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-34-43.
9. Khachatryan H., Kim D.J., Kim M., Kim H.K. Roll-to-Roll fabrication of ITO thin film for flexible optoelectronics applications: The role of post-annealing // Materials Science in Semiconductor Processing. 2018. Vol. 88. P. 51–56. DOI: 10.1016/j.mssp.2018.07.033.
10. Kim Y., Park S., Kim S. et al. Flash lamp annealing of indium tin oxide thin-films deposited on polyimide backplanes // Thin Solid Films. 2017. Vol. 628. P. 88–95. DOI: 10.1016/j.tsf.2017.03.016.
11. Facchetti A., Marks T. Transparent electronics: from synthesis to applications. New-York: John Wiley & Sons, 2010. 452 p. DOI: 10.1002/9780470710609.
12. Guillén C., Herrero J. Structure, optical, and electrical properties of indium tin oxide thin films prepared by sputtering at room temperature and annealed in air or nitrogen // Journal of applied physics. 2007. Vol. 101. No. 7. P. 073514. DOI: 10.1063/1.2715539.
13. David C., Tinkham B.P., Prunici P., Panckow A. Highly conductive and transparent ITO films deposited at low temperatures by pulsed DC magnetron sputtering from ceramic and metallic rotary targets // Surface and Coatings Technology. 2017. Vol. 314. P. 113–117. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2016.09.022.
14. Txintxurreta J., G-Berasategui E., Ortiz R. et al. Indium tin oxide thin film deposition by magnetron sputtering at room temperature for the manufacturing of efficient transparent heaters // Coatings. 2021. Vol. 11. No. 1. P. 92. DOI: 10.3390/coatings11010092.

15. Besbes S., Ouada H.B., Davenas J. et al. Effect of surface treatment and functionalization on the ITO properties for OLEDs // *Materials Science and Engineering: C*. 2006. Vol. 26. No. 2-3. P. 505–510. DOI: 0.1016/j.msec.2005.10.078.
16. Ozbay S., Erdogan N., Erden F. et al. Surface free energy and wettability properties of transparent conducting oxide-based films with Ag interlayer // *Applied Surface Science*. 2021. Vol. 567. P. 150901. DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.150901.
17. Аксенова В.В., Смирнова И.П., Марков Л.К. и др. Смачиваемость прозрачных проводящих наноструктурированных покрытий ИТО и ИТО/ Al_2O_3 // *Научно-технические ведомости СПбГПУ. Сер.: Физико-математические науки*. 2023. Т. 16. № 1.1. С. 404–410. DOI: 10.18721/JPM.161.169.
18. Салахова Р.К., Вешкин Е.А., Судьин Ю.И., Баранников А.А. Влияние шероховатости на поверхностно-энергетические характеристики и смачиваемость стеклопластика // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 2 (79). С. 48–58. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-48-58.
19. 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.
20. Cesaria M., Caricato A.P., Martino M. Realistic absorption coefficient of ultrathin films // *Journal of Optics*. 2012. Vol. 14. No. 10. P. 105701. DOI: 10.1088/2040-8978/14/10/105701.
21. Shamsuddin W.N.S.W., Zuber K., Murphy P.J., Jane M.L. Environmental durability of soft low-e coatings: A review // *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 2024. Vol. 266. P. 112673. DOI: j.solmat.2023.112673.
22. Horprathum M., Eiamchai P., Limnonthakul P. et al. Structural, optical and hydrophilic properties of nanocrystalline TiO_2 ultra-thin films prepared by pulsed dc reactive magnetron sputtering // *Journal of alloys and compounds*. 2011. Vol. 509. No. 13. P. 4520–4524. DOI: j.jallcom.2011.01.038.

References

1. Rebohle L., Prucnal S., Reichel D. *Flash Lamp Annealing. From Basics to Applications*. Cham: Springer Nature Switzerland, 2019, 288 p. DOI: 10.1007/978-3-030-23299-3.
2. Gordon R.G. Criteria for choosing transparent conductors. *MRS Bulletin*, 2000, vol. 25, no. 8, pp. 52–57. DOI: 10.1557/mrs2000.151.
3. Budinovskiy S.A., Doronin O.N., Kosmin A.A., Benklyan A.S. Influence of the state of the YSZ target on its sputtering rate during deposition of a TBC ceramic layer by the UOKS-3 unit. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 85–92. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 01, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-85-92.
4. Sorokin I.A., Solovyanchik L.V., Mekalina I.V., Tsapenko A.N. Optically transparent polymer films with anti-reflective coating. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 89–99. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 01, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-89-99.
5. Tseng K.S., Lo Y.L. Effect of sputtering parameters on optical and electrical properties of ITO films on PET substrates. *Applied surface science*, 2013, vol. 285, pp. 157–166. DOI: 10.1016/j.apsusc.2013.08.024.
6. Liu H., Wang L., Lin G., Feng Y. Recent progress in the fabrication of flexible materials for wearable sensors. *Biomaterials Science*, 2022, vol. 10, no. 03, pp. 614–632. DOI: 10.1039/d1bm01136g.
7. Zuev A.V., Zarichnyak Yu.P., Barinov D.Ya., Krasnov L.L. Measurement of thermophysical properties of flexible thermal insulation. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 119–126. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-119-126.
8. Babashov V.G., Stepanova E.V., Zimichev A.M., Basargin O.V. Oxide continuous fibers as a part of flexible high temperature insulation. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 34–43. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-34-43.

9. Khachatryan H., Kim D.J., Kim M., Kim H.K. Roll-to-Roll fabrication of ITO thin film for flexible optoelectronics applications: The role of post-annealing. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 2018, vol. 88, pp. 51–56. DOI: 10.1016/j.mssp.2018.07.033.
10. Kim Y., Park S., Kim S. et al. Flash lamp annealing of indium tin oxide thin-films deposited on polyimide backplanes. *Thin Solid Films*, 2017, vol. 628, pp. 88–95. DOI: 10.1016/j.tsf.2017.03.016.
11. Facchetti A., Marks T. *Transparent electronics: from synthesis to applications*. New-York: John Wiley & Sons, 2010, 452 p. DOI: 10.1002/9780470710609.
12. Guillén C., Herrero J. Structure, optical, and electrical properties of indium tin oxide thin films prepared by sputtering at room temperature and annealed in air or nitrogen. *Journal of applied physics*, 2007, vol. 101, no. 7, p. 073514. DOI: 10.1063/1.2715539.
13. David C., Tinkham B.P., Prunici P., Panckow A. Highly conductive and transparent ITO films deposited at low temperatures by pulsed DC magnetron sputtering from ceramic and metallic rotary targets. *Surface and Coatings Technology*, 2017, vol. 314, pp. 113–117. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2016.09.022.
14. Txintxurreta J., G-Berasategui E., Ortiz R. et al. Indium tin oxide thin film deposition by magnetron sputtering at room temperature for the manufacturing of efficient transparent heaters. *Coatings*, 2021, vol. 11, no. 1, p. 92. DOI: 10.3390/coatings11010092.
15. Besbes S., Ouada H.B., Davenas J. et al. Effect of surface treatment and functionalization on the ITO properties for OLEDs. *Materials Science and Engineering: C*, 2006, vol. 26, no. 2–3, pp. 505–510. DOI: 10.1016/j.msec.2005.10.078.
16. Ozbay S., Erdogan N., Erden F. et al. Surface free energy and wettability properties of transparent conducting oxide-based films with Ag interlayer. *Applied Surface Science*, 2021, vol. 567, p. 150901. DOI: 10.1016/j.apsusc.2021.150901.
17. Aksenova V.V., Smirnova I.P., Markov L.K., Pavlyuchenko A.S., Kolokolov D.S., Volkov D.Yu., Wettability of transparent conductive nanostructured ITO and ITO/Al₂O₃ coatings. *St. Petersburg State Polytechnical University Journal. Ser.: Physics and Mathematics*, 2023, vol. 16 (1.1), pp. 404–410. DOI: 10.18721/JPM.161.169.
18. Salakhova R.K., Veshkin E.A., Sudin Yu.I., Barannikov A.A. Effect of roughness on surface-energy characteristics and wetting properties of fiberglass. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 2 (79), pp. 48–58. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-48-58.
19. 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.
20. Cesaria M., Caricato A.P., Martino M. Realistic absorption coefficient of ultrathin films. *Journal of Optics*, 2012, vol. 14, no. 10, p. 105701. DOI: 10.1088/2040-8978/14/10/105701.
21. Shamsuddin W.N.S.W., Zuber K., Murphy P.J., Jane M.L. Environmental durability of soft low-e coatings: A review. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 2024, vol. 266, p. 112673. DOI: 10.1016/j.solmat.2023.112673.
22. Horprathum M., Eiamchai P., Limnonthakul P. et al. Structural, optical and hydrophilic properties of nanocrystalline TiO₂ ultra-thin films prepared by pulsed dc reactive magnetron sputtering. *Journal of alloys and compounds*, 2011, vol. 509, no. 13, pp. 4520–4524. DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.01.038.

Информация об авторах

Сорокин Илья Алексеевич, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Мекалина Ирина Васильевна, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ilya A. Sorokin, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Irina V. Mekalina, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 25.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 05.12.2025.
The article was submitted 25.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 05.12.2025

Научная статья

УДК 666.7

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-113-122

ПОЛИТИПНЫЕ МОДИФИКАЦИИ КАРБИДА КРЕМНИЯ В ПОКРЫТИЯХ

Д.В. Сидоров¹, А.А. Шавнев¹

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

Аннотация. Представлен обзор научно-технической литературы в области кристаллических покрытий из карбида кремния различных политипных модификаций и способов их получения. Рассмотрены перспективные области применения наиболее распространенных кристаллических политипных модификаций карбида кремния: детекторы для темной материи, биосенсоры, силовые устройства и микроэлектроника. Описаны подходы к изучению преимущественного образования того или иного политипа карбида кремния в кристаллических покрытиях.

Ключевые слова: карбид кремния, политипная модификация, кристалл, превращение, получение, применение

Для цитирования: Сидоров Д.В., Шавнев А.А. Политипные модификации карбида кремния в покрытиях // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 113–122. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-113-122.

Scientific article

POLYTYPE MODIFICATIONS OF SILICON CARBIDE IN COATINGS

D.V. Sidorov¹, A.A. Shavnev¹

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 a review of scientific and technical literature in the field of crystalline coatings of silicon carbide of various polytype modifications and methods for their production. The paper examines promising areas of application for the most common crystalline polytypic modifications of silicon carbide, which include dark matter detectors and biosensors, in addition to power devices and microelectronics. Approaches to studying the preferential formation of one or another polytype of silicon carbide in crystalline coatings are described.

Keywords: silicon carbide, polytype modification, crystal, transformation, producing, application

For citation: Sidorov D.V., Shavnev A.A. Polytype modifications of silicon carbide in coatings. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 113–122. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-113-122.

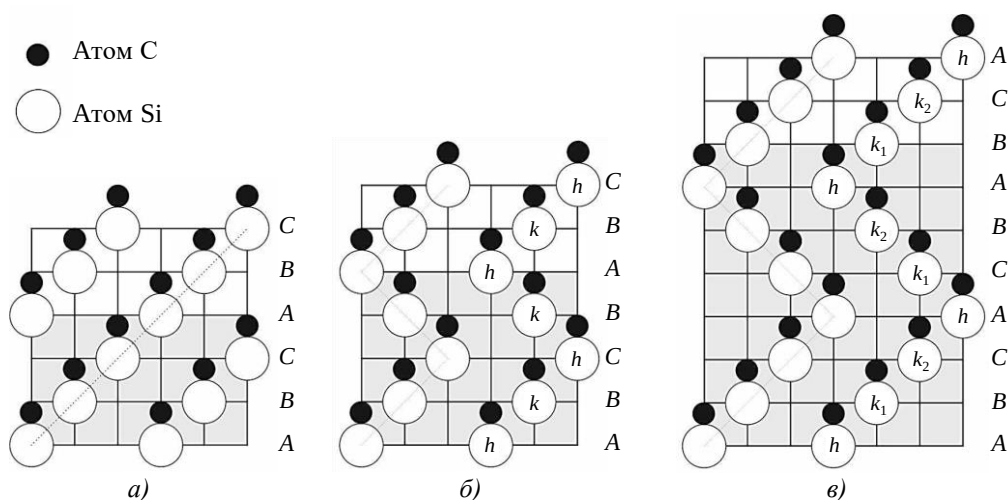
Введение

Развитие синтетического способа получения карбида кремния методом Ачесона до промышленных масштабов позволило использовать его в больших объемах в качестве абразивного материала для металлообрабатывающей отрасли и как огнеупорный материал в металлургии. Обнаруженные впоследствии полупроводниковые свойства

карбида кремния послужили началом его применения в микроэлектронных, оптических и микроэлектромеханических устройствах [1, 2].

В настоящее время количество возможных политипных модификаций SiC превышает 250 [3, 4]. Наиболее известными среди них считаются следующие: 3C-SiC, 2H-SiC, 4H-SiC, 6H-SiC, 8H-SiC, 10H-SiC, 14H-SiC, 20H-SiC, 21H-SiC, 9R-SiC, 15R-SiC, 19R-SiC, 24R-SiC и 33R-SiC. Политипные модификации SiC представляют собой ориентированные определенным образом последовательные слои, в которых сохраняется тетраэдрическая связь [5]. Относительно недавно описана новая орторомбическая политипная модификация 6O-SiC, представляющая интерес для микроэлектроники [6].

На рисунке представлено структурное построение политипных модификаций 3C-SiC, 4H-SiC и 6H-SiC.



Структурное построение политипных модификаций 3C-SiC (а), 4H-SiC (б) и 6H-SiC (в): k , h – кубические и гексагональные узлы решетки соответственно; А, В, С – слои кристаллической решетки

Для политипа 3C-SiC последовательностью слоев является ABC, для 4H-SiC – ABCB, для 6H-SiC – ABCACB. Структура других политипных модификаций SiC также отличается расположением слоев и описывается соответствующей последовательностью.

Для микроэлектроники и высоковольтных силовых устройств наибольшее практическое распространение получил политип 4H-SiC за счет высоких значений подвижности электронов и ширины запрещенной зоны [7–10]. Для сравнения в таблице представлены параметры кристаллической решетки, гексагональность в процентном выражении и ширина запрещенной зоны различных политипных модификаций [11, 12]. Следует отметить, что с увеличением размера элементарной ячейки кристалла для H-политипов SiC уменьшается ширина запрещенной зоны.

Параметры политипных модификаций SiC

Параметры	Значения параметров для политипной модификации				
	3C-SiC	6H-SiC	15R-SiC	4H-SiC	2H-SiC
Гексагональность, %	0	33	40	50	100
Параметры кристаллической решетки, Å:					
a	4,3596	3,0730	3,0730	3,0730	3,0730
c	4,3596	15,1100	37,7000	10,0530	5,0480
Ширина запрещенной зоны, эВ	2,3	3,0	3,0	3,2	3,3

Для исследования темной материи предложено использовать детектор на основе SiC из-за сходства его фононных спектров со спектрами фонона и нуклона темной материи [13]. В качестве детектора предлагается применять политип 2H-SiC, для которого достигается максимальное значение суточной модуляции сигнала за счет неэквивалентных кристаллографических осей в плоскости и вне ее, что дает анизотропный направленный отклик. Следует отметить, что политип 3C-SiC с высокой симметрией не проявляет суточной модуляции и не пригоден для изготовления такого детектора темной материи.

Одним из активно развивающихся биотехнологических направлений являются получение и использование SiC-квантовых точек для флуоресценции [14] и ДНК-сенсорных технологий [15] благодаря длительной оптической стабильности, нетоксичности и биосовместимости карбида кремния. В частности, после внедрения SiC-квантовых точек размером 2,5 нм в живых клетках наблюдается яркая зеленая флуоресценция на клеточной мембране [16]. Разработаны биосенсоры на базе наночастиц SiC, сопряженных с определенными пептидами, позволяющие быстро обнаружить инфекции при анализе слюны человека [17]. В работе [18] путем объединения SiC-квантовых точек с аптамерами разработан биосенсор для выявления опасных пищевых патогенов с высокой селективностью.

Таким образом, несмотря на многочисленные и давно известные исследования карбида кремния в различных странах, с развитием технологий находятся новые области применения этого материала. Это связано с тем, что физические свойства конечного изделия контролируемо меняются в зависимости от используемой политипной модификации SiC и содержания примесей в кристаллической структуре, что в конечном итоге определяет направления развития новых материалов и технологий [19].

Образование кристаллических карбидокремниевых покрытий

Наиболее удобными способами получения кристаллических покрытий являются эпитаксиальное осаждение из газовой фазы и катодное распыление на подложки различной природы [20, 21]. В работе [22] исследована возможность получения из газовой фазы покрытий из SiC. Показано, что скорость формирования покрытия может достигать до 620 мкм/ч при температурах подложки >500 °C. При температуре осаждения 1150 °C содержание свободного кремния в покрытии составляет до 10 % (по массе). По мере увеличения температуры осаждения содержание свободного кремния уменьшается и при высоких температурах (>1500 °C) образуется свободный углерод в покрытии. При сравнении формы кристаллов SiC установлено, что при температурах ~ 1500 °C образуются иглоподобные кристаллы, при температурах ~ 1200 °C – гладкая структура. Образование примеси свободного кремния в покрытии также наблюдали в работе [23], при этом уже при температуре осаждения 1100 °C формируется покрытие политипной модификации 3C-SiC без примесей. Кристаллы 3C-SiC представляли собой шестиугольники размером 200–400 нм. В ходе экспериментального исследования по осаждению SiC на гранулы оксида циркония в псевдооживленном слое [24] установлено, что введение газообразного аргона ингибирует выделение свободного кремния в кристаллическом покрытии.

В работе [25] показано, что полученные из метилтрихлорсилана кристаллы расположены на подложке в виде гексагональных игл длиной до 3 мм и шириной 500 мкм и представляют собой политипную модификацию 2H-SiC. Следует отметить, что в основании таких игловатых кристаллов лежат кристаллы политипа 3C-SiC круглой формы. В работе [26] скорость роста кристаллов политипа 2H-SiC составила 182 мкм/ч при температуре 650 °C. В данном случае исходным сырьем послужил трис(диметиламино)силан, синтез кристаллов проводили в атмосфере метана.

Кристаллические покрытия политипной модификации 3C-SiC получали из газовой смеси, содержащей дихлорсилан, этилен и водород [27]. Скорость осаждения составила 40 мкм/ч при температуре 1350 °C и пониженном давлении. В работе [28]

диаметр кристаллов SiC, осажденных из газовой смеси тетрахлорида кремния и метана, не превышал 100 нм. Скорость осаждения кристаллов SiC в данном исследовании составила 250 мкм/ч при температуре 2020 °C и пониженном давлении.

Для осаждения политипной модификации 3C–SiC в качестве исходного сырья в работе [29] выбрана газовая смесь из метилтрихлорсилана, водорода и аммиака. Аммиак использовали в небольшом количестве с целью допирования кристаллов SiC атомами азота. Рост кристаллического покрытия происходил со скоростью 1,8 мкм/ч при температуре подложки 1040 °C. Следует отметить, что увеличение содержания азота приводит к возрастанию геометрических размеров осаждаемых кристаллов.

В работе [30] осаждение SiC проводили на подложке в виде затравочного кристалла, нагрев которого осуществляли индуктивным током высокой частоты. При поддержании температуры в интервале от 2000 до 2150 °C политипная модификация 6H–SiC формируется со скоростью ~150 мкм/ч.

Большое внимание политипу 3C–SiC уделяется по причине относительно простого способа его получения в химически и кристаллографически чистом состоянии.

Превращение политипных модификаций SiC

Для понимания сути превращений и причин преимущественного роста того или иного политипа SiC проведены как теоретические, так и экспериментальные исследования. При рассмотрении зародышеобразования кристаллов политипа 3C–SiC в работе [31] выдвинуто предположение о его предпочтительном образовании на Si-границе в условиях избыточного содержания кремния, тогда как избыток углерода приводит к образованию кристаллов политипа 4H–SiC на C-границе. В работе [32] образование политипной модификации 4H–SiC на C-границе связывают с sp^2 -гибридизацией атомов углерода и нарушением изначальной симметрии кристалла. Высказано мнение [33], что политипную модификацию в ходе роста кристаллов SiC предопределяет поверхностная энергия C- и Si-граней на подложке.

Экспериментальные исследования [34] по осаждению покрытий SiC из газовой смеси моносилана (как источника Si) и пропана (как источника C) показали возможность осаждения кристаллов политипной модификации 3C–SiC как на Si-грань, так и на C-грань кристаллической подложки. В других экспериментах [35] установлено, что относительно низкие температуры на подложке и пониженное давление способствуют образованию на C-границе политипной модификации 4H–SiC. В работе [36] показано, что кристаллы политипа 4H–SiC формируются при избыточном содержании углерода относительно стехиометрического состава в присутствии примесей таких элементов, как олово, германий, свинец. В диссертации [37] рассмотрено влияние скорости роста и термодинамической стабильности SiC на образование того или иного политипа. Установлено, что самая высокая скорость роста наблюдается для политипа 4H–SiC, средняя – для 6H–SiC, а самая низкая – для 3C–SiC.

Выдвинуто предположение о предпочтительном росте политипной модификации 3C–SiC с низкой степенью гексагональности при относительно невысоких температурах по сравнению с другими политипами [38]. Подтверждением данного предположения стали результаты изучения межслоевого взаимодействия кремния и углерода [39], которые показали, что начальная температура формирования политипа 3C–SiC составляет ~700 °C. Другие политипные модификации SiC при данной температуре не обнаружены. Схожие результаты получены в работе [40], в которой отмечена температурная область роста кристаллов SiC от 600 до 700 °C с изменением энтальпии 70 ± 4 кДж/моль. По результатам экспериментов в этой работе сделан вывод, что с наиболее высокой вероятностью кристаллическая структура SiC образуется за счет диффузии кремния в углерод.

На основании того, что при температуре 2300 °C наблюдается превращение гексагонального политипа в кубический политип 3C–SiC, в работе [41] выдвинуто

предположение, что на формирование политипной модификации влияет соотношение C/Si, а не температура роста кристалла на подложке. В работе [42] превращение поли типа 4H-SiC в 3C-SiC наблюдали при температурах >1750 °C. Возможность реконструкции на поверхности подложки поли типов 6H-SiC и 4H-SiC с последующим формированием поли типа 3C-SiC показана также в работе [43].

Помимо экспериментальных исследований превращений поли типных модификаций SiC, обсуждаются результаты теоретических расчетов. В частности, с использованием расчетного метода на основе теории функционала плотности изучены морфология и энергетические характеристики процесса образования поли типа 3C-SiC [44]. В работе [45] показано, что переход поли типной модификации 2H-SiC в 4H-SiC происходит за счет образования метастабильного состояния кристаллической решетки путем наклона связей Si-C.

В работе [46] при изучении термостабильности кристаллической структуры в интервале температур от 1800 до 2400 °C в атмосфере инертного газа установлена температура перехода поли типа 3C-SiC в 6H-SiC, которая составляет ~ 2150 °C. Обсуждение стабильности различных поли типов SiC в зависимости от температуры представлено в работе [47].

В работе [48] выдвинуто предположение, что на температуру перехода поли типа 3C-SiC в 6H-SiC влияет наличие примеси свободного кремния, содержащегося в покрытии SiC. В частности, в данных экспериментах показано образование только поли типа 3C-SiC при температуре 2100 °C в случае отсутствия примеси свободного Si в покрытии. При температуре 2300 °C наблюдали снижение содержания в покрытии поли типной модификации 3C-SiC до 36 % (по массе) и, соответственно, присутствие других поли типов (4H-SiC, 6H-SiC и 15R-SiC). При содержании в карбидокремниевом покрытии свободного Si на уровне ~ 9 % (по массе) при температуре 2300 °C количество поли типной модификации 3C-SiC снижается до 24 % (по массе), образуются также кристаллические структуры поли типов 4H-SiC, 6H-SiC и 15R-SiC. В работе [49] показано, что добавление алюминия к кристаллическому порошку поли типа 3C-SiC при температуре 1900 °C способствует его переходу в поли тип 4H-SiC на 75 %. Таким образом, четко прослеживается взаимосвязь между температурой превращения поли типа 3C-SiC и наличием примесей других элементов в кристаллическом покрытии из SiC.

Комплексное исследование упорядочивания наноструктур поли типной модификации кристаллов 3C-SiC с использованием методов фотоэлектронной спектроскопии, рентгеновской дифракции скользящего падения и синхротронного излучения проведено в работе [50]. По результатам исследования установлено, что образование и упорядочивание одномерных наноструктур обусловлены в большей степени поверхностным напряжением. Детальное исследование кристаллической структуры поли типа 3C-SiC вывило следующее: при температуре подложки 900 °C образуется смесь разупорядоченных кристаллов поли типа 3C-SiC и Si размерами до 20 нм; при 1000 °C – гомогенно распределенные кристаллы поли типа 3C-SiC размером до 5 нм; при 1100 °C – столбчатая кристаллическая структура поли типа 3C-SiC с сильными искажениями, при этом наблюдается разориентация между кристаллами на уровне 5–10 градусов, а средний размер кристалла составляет 150 нм.

Полученные из 1,3-дисилабутана карбидокремниевые покрытия представляли собой столбчатые кристаллы поли типной модификации 3C-SiC с высокой плотностью дефектов упаковки и микродвойников. При этом отмечается, что столбчатые кристаллы возникают не на поверхности подложки, а на буферном слое толщиной от 3 до 5 нм, состоящем из взаимосвязанных островков, возникших при нуклеации. Сделано предположение, что нуклеация происходит на трехмерных пирамидоподобных микрокристаллах, ограниченных медленно растущими плоскостями. Показано, что низкая энергия дефекта упаковки приводит к частому появлению микродвойников, что может влиять

на ориентацию кристалла в пространстве во время роста. Степень кристалличности покрытий из SiC также связывают с тем, что быстро растущие кристаллы одного поли типа не позволяют расти более медленным кристаллам другого поли типа. Это объясняется тем, что выращенные на гранях с ориентацией (111) покрытия из SiC отличаются большей кристалличностью по сравнению с покрытиями на гранях с ориентацией (100).

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

Заключения

Представленный анализ научно-технической литературы в области поли типных модификаций карбида кремния в покрытиях кристаллической структуры показывает, что предпочтительное образование того или иного поли типа SiC пытались объяснить с точек зрения термодинамики, кинетики, влияния примесных элементов, соотношения C/Si в исходных реагентах, температуры, присутствия дислокаций и т. д. Несмотря на это, в настоящее время не существует единого мнения и четкого понимания в области механизмов образования разных поли типов карбида кремния.

Работы, направленные на изучение свойств и создание новых направлений практического применения различных поли типов карбида кремния, до сих пор актуальны. Это связано с тем, что физические свойства конечного изделия можно изменять в зависимости от используемой поли типной модификации SiC и содержания примесей в кристаллической структуре.

Список источников

1. Park Y., Weber E. SiC materials and devices. Academic press, 1998. P. 1–18.
2. Сидоров Д.В., Грунин А.А., Шавнев А.А. Реализация технологии химического газофазного осаждения карбида кремния в электронике. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2024. № 3 (133). С. 101–116. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-101-116.
3. Авров Д.В., Лебедев А.О., Таиров Ю.М. Поли типные включения и поли типная стабильность кристаллов карбида кремния // Физика и технология полупроводников. 2016. Т. 50. С. 501–507.
4. Кукушкин С.А., Осипов А.В. Пути поли типных превращений в карбиде кремния // Физика твердого тела. 2019. Т. 61. С. 1443–1447.
5. Pensl G., Clobanu F., Frank T. et al. SiC material properties // International Journal of high speed electronics and systems. 2005. Vol. 4. P. 705–745.
6. ElMendili Y., Orberger B., Chateigner D. et al. Insight into the structural, elastic and electronic properties of a new orthorhombic 6O–SiC poly type // Nature. 2020. Vol. 10. P. 7562.
7. Powell A., Rowland L. SiC Materials – progress, status, and potential roadblocks // Proceedings of the IEEE. 2002. Vol. 90. P. 942–955.
8. Elasser A., Chow T. Silicon carbide benefits and advantages for power electronics circuits and systems // Proceedings of the IEEE. 2002. Vol. 90. P. 969–986.
9. Friedrichs P. Silicon carbide power-device products – Status and upcoming challenges with a special attention to traditional, nonmilitary industrial applications // Physica status Solidi. 2008. Vol. 245. P. 1232–1238.
10. Properties of silicon carbide (SiC) // Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе. URL: <http://ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/SiC/ebasic.html> (дата обращения: 15.08.2025).
11. Грунин А.А., Сидоров Д.В., Шавнев А.А. Реализация технологии химического газофазного осаждения карбида кремния в электронике. Часть 2 // Труды ВИАМ. 2025. № 7 (149). С. 92–104. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-92-104.
12. Choyke W., Matsunami H., Pensl G. Silicon carbide: recent major advances. Springer, 2004. 430 p.
13. Griffin M., Hochberg Y., Inzani K. et al. Silicon carbide detectors for sub-GeV dark matter // Physical review D. 2021. Vol. 103. P. 075002.

14. Azar M., Ji Z., Jahanzamin J. Fluorescent Silicon Carbide Quantum Dots // Silicon carbide – materials, devices and emerging applications. IntechOpen, 2024. P. 1–20. DOI: 10.5772/intechopen.1007535.
15. Mamun A., McGarrity M., Kim J. et al. Silicon carbide-based DNA sensing technologies // Micromachines. 2023. Vol. 14. P. 1557–1562.
16. Song Y., Lu Y., Zhang L. et al. Fabrication of silicon carbide quantum dots via chemical-etching approach and fluorescent imaging for living cells // Materials Sciences and Applications. 2014. Vol. 5. P. 177–182.
17. Li X., Zhang Y., Liu Y. et al. Bacteria-targeting BSA-stabilized SiC nanoparticles as a fluorescent nanoprobe for forensic identification of saliva // Microchimica Acta. 2019. Vol. 186. P. 766–773.
18. Yao W., Shi J., Ling J. et al. SiC-functionalized fluorescent aptasensor for determination of *Proteus mirabilis* // Microchimica Acta. 2020. Vol. 187. P. 406–411.
19. 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.
20. Сидоров Д.В., Шавнев А.А., Мелентьев А.А. Формирование карбидокремниевых покрытий методом химического газофазного осаждения (обзор). Часть 2 // Труды ВИАМ. 2022. № 2 (108). С. 88–98. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-88-98.
21. Сидоров Д.В., Шавнев А.А., Мелентьев А.А. Формирование карбидокремниевых покрытий методом химического газофазного осаждения (обзор). Часть 1 // Труды ВИАМ. 2021. № 6 (100). С. 100–111. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-6-100-111.
22. Chin J., Gantzel P., Hudson R. The structure of chemical vapor deposited silicon carbide // Thin Solid Films. 1977. Vol. 40. P. 57–72.
23. Yang L., Chen Z., Wang B. Chemical vapor deposition of SiC at different molar ratios of hydrogen to methyltrichlorosilane // Journal of central south university of technology. 2009. Vol. 16. P. 0730–0737.
24. Ivashchenko V., Turchi P., Shevchenko V. Simulations of the mechanical properties of crystalline, nanocrystalline, and amorphous SiC and Si // Physical Review B. 2007. Vol. 75. P. 085209.
25. Powell J., Will H. Low-temperature solid-state phase transformations in 2H silicon carbide // Journal of applied physics. 1972. Vol. 43. P. 1400–1408.
26. Ito K., Kanno H., Kawahara T., Goto T. 2H–SiC films grown by laser chemical vapor deposition // Journal of the European ceramic society. 2015. Vol. 35. P. 4611–4615.
27. Hagasawa H., Yagi K., Kawahara T. et al. Hetero- and homo-epitaxial growth of 3C–SiC for MOSFETs // Microelectronic Engineering. 2006. Vol. 83. P. 185–188.
28. Fanton M., Snyder D., Weiland B. et al. Growth of nitrogen-doped SiC boules by halide chemical vapor deposition // Journal of crystal growth. 2006. Vol. 287. P. 359–362.
29. Latha H., Udayakumar A., Prasad V. Microstructure and electrical properties of nitrogen doped 3C–SiC thin films deposited using methyltrichlorosilane // Materials science in semiconductor processing. 2015. Vol. 29. P. 117–123.
30. Nigam S., Chung H., Polyakov F. Growth kinetics study in halide chemical vapor deposition of SiC // Journal of crystal growth. 2005. Vol. 284. P. 112–122.
31. Fissel A. Thermodynamic consideration of the epitaxial growth of SiC polytypes // Journal of crystal growth. 2000. Vol. 212. P. 438–450.
32. Maltsev A., Maksimov A., Yushin N. 4H–SiC single crystal ingots grown on 6H–SiC and 15R–SiC seeds // Institute physical conference series. 1996. Vol. 142. P. 41–44.
33. Stein R., Lanig P. Control of polytype formation by surface anergy effects during the growth of SiC monocrystals by the sublimation method // Journal of crystal growth. 1993. Vol. 131. P. 71–74.
34. Feng Z., Lin H., Xin B. et al. Structural characteristic of 3C–SiC thin films grown on Si-face and C-face 4H–SiC substrates by high temperature chemical vapor deposition // Vacuum. 2023. Vol. 207. P. 111643.
35. Kanaya M., Takanashi J., Fujiwara Y., Moritani A. Controlled sublimation growth of single crystalline 4HSiC and 6HSiC and identification of polytypes by xray diffraction // Applied physics letters. 1991. Vol. 58. P. 56–58.

36. Tairov Y., Tsvetkov V. General principles of growing large-size single crystals of various silicon carbide polytypes // *Journal of Crystal Growth*. 1981. Vol. 52. P. 146–150.
37. Лучинин В.В. Структуро- и формообразование микро- и наносистем на основе широкозонных материалов, обладающих полиморфизмом: дис. ... д-ра техн. наук. СПб., 1999. 503 с.
38. Карбид кремния / под ред. Г. Хениша, Р. Роя. Пер. с англ. М.: Мир, 1972. 387 с.
39. Shekhawat D., Sudhahar D., Doll J. et al. Phase formation of cubic silicon carbide from reactive silicon-carbon multilayers // *MRS Advances*. 2023. Vol. 8. P. 494–498.
40. Grieseler R., Gallino I., Duboisikaya N. et al. Silicon carbide formation in reactive silicon-carbon multilayers // *Materials science forum*. 2022. Vol. 1062. P. 44–48.
41. Omori M., Takei H., Fukuda T. Formation of cubic SiC crystals by gas-phase reaction // *Japanese journal of Applied Physics*. 1989. Vol. 28. P. 1217–1220.
42. Kuebler L., Hershkovitz E., Kouzminov D. et al. 4H to 3C polytypic transformation in Al⁺ implanted SiC during high temperature annealing // *Electronic materials letters*. 2023. Vol. 20. P. 345–351.
43. Heinz K., Bernhardt J., Schardt J., Starke U. et al. Functional surface reconstructions of hexagonal SiC // *Journal of physics: Condensed matter*. 2004. Vol. 16. P. 1705.
44. Seino K., Oshiyama A. Energetics of the surface step and its morphology on the 3C–SiC(111) surface clarified by the density-functional theory // *Applied physics express*. 2020. Vol. 13. P. 012206.
45. Кукушкин С.А., Осипов А.В. Микроскопическое описание механизма перехода между поли типами 2H и 4H карбида кремния // *Физика твердого тела*. 2019. Т. 61. С. 422–425.
46. Yoo S., Matsunami H. Solid-state phase transformation in cubic silicon carbide // *Japanese Journal of Applied Physics*. 1991. Vol. 30. P. 545–549.
47. Jepps N., Page T. Polytypic transformation in silicon carbide // *Progress in crystal growth and characterization*. 1983. Vol. 7. P. 259–307.
48. Jayakumari S., Tangstad M. Transformation of β -SiC from charcoal, coal, and petroleum coke to α -SiC at higher temperatures // *Metallurgical and materials transaction B*. 2020. Vol. 51. P. 2673–2688.
49. Moberlychan W., Cao J., Gilbert C. et al. The cubic-to-hexagonal transformation to toughen SiC // *Ceramic microstructure: control at the atomic level*. New York: Plenum press, 1998. P. 177–190.
50. Soukiasian P., Enriquez H. Atomic scale control and understanding of cubic silicon carbide surface reconstructions, nanostructures and nanochemistry // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2004. Vol. 16. P. 1611–1658.

References

1. Park Y., Weber E. *SiC materials and devices*. Academic press, 1998, pp. 1–18.
2. Sidorov D.V., Grunin A.A., Schavnev A.A. Implementation of technology for chemical vapor deposition of silicon carbide in electronics. Part 1. *Trudy VIAM*, 2024, no. 3 (133), pp. 101–116. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 19, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-101-116.
3. Avrov D.V., Lebedev A.O., Tairov Yu.M. Polytypic inclusions and polytypic stability of silicon carbide crystals. *Fizika i tekhnologiya poluprovodnikov*, 2016, vol. 50, pp. 501–507.
4. Kukushkin S.A., Osipov A.V. Paths of polytypic transformations in silicon carbide. *Fizika tverdogo tela*, 2019, vol. 61, pp. 1443–1447.
5. Pensl G., Clobanu F., Frank T. et al. SiC material properties. *International Journal of high speed electronics and systems*, 2005, vol. 4, pp. 705–745.
6. ElMendili Y., Orberger B., Chateigner D. et al. Insight into the structural, elastic and electronic properties of a new orthorhombic 6O–SiC polytype. *Nature*, 2020, vol. 10, p. 7562.
7. Powell A., Rowland L. SiC Materials – progress, status, and potential roadblocks. *Proceedings of the IEEE*, 2002, vol. 90, pp. 942–955.
8. Elasser A., Chow T. Silicon carbide benefits and advantages for power electronics circuits and systems. *Proceedings of the IEEE*, 2002, vol. 90, p. 969–986.
9. Friedrichs P. Silicon carbide power-device products – Status and upcoming challenges with a special attention to traditional, nonmilitary industrial applications. *Physica status Solidi*, 2008, vol. 245, pp. 1232–1238.
10. *Properties of silicon carbide (SiC)*. Available at: <http://ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/SiC/ebasic.html> (accessed: August 15, 2025).

11. Grunin A.A., Sidorov D.V., Schavnev A.A. Implementation of technology for chemical vapor deposition of silicon carbide in electronics. Part 2. *Trudy VIAM*, 2025, no. 7 (149), pp. 92–104. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 19, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-7-92-104.
12. Choyke W., Matsunami H., Pensl G. *Silicon carbide: recent major advances*. Springer, 2004, 430 p.
13. Griffin M., Hochberg Y., Inzani K. et al. Silicon carbide detectors for sub-GeV dark matter. *Physical review D*, 2021, vol. 103, p. 075002.
14. Azar M., Ji Z., Jahanzamin J. Fluorescent Silicon Carbide Quantum Dots. *Silicon carbide – materials, devices and emerging applications*. IntechOpen, 2024, pp. 1–20. DOI: 10.5772/intechopen.1007535.
15. Mamun A., McGarrity M., Kim J. et al. Silicon carbide-based DNA sensing technologies. *Micromachines*, 2023, vol. 14, pp. 1557–1562.
16. Song Y., Lu Y., Zhang L. et al. Fabrication of silicon carbide quantum dots via chemical-etching approach and fluorescent imaging for living cells. *Materials Sciences and Applications*, 2014, vol. 5, pp. 177–182.
17. Li X., Zhang Y., Liu Y. et al. Bacteria-targeting BSA-stabilized SiC nanoparticles as a fluorescent nanoprobe for forensic identification of saliva. *Microchimica Acta*, 2019, vol. 186, pp. 766–773.
18. Yao W., Shi J., Ling J. et al. SiC-functionalized fluorescent aptasensor for determination of *Proteus mirabilis*. *Microchimica Acta*, 2020, vol. 187, pp. 406–411.
19. 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.
20. Sidorov D.V., Schavnev A.A., Melentev A.A. Formation of silicon carbide coatings by chemical vapor deposition (review). Part 2. *Trudy VIAM*, 2022, no. 2 (108), pp. 88–98. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 19, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-88-98.
21. Sidorov D.V., Schavnev A.A., Melentev A.A. Formation of silicon carbide coatings by chemical vapor deposition (review). Part 1. *Trudy VIAM*, 2021, no. 6 (100), pp. 100–111. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 19.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-6-100-111.
22. Chin J., Gantzel P., Hudson R. The structure of chemical vapor deposited silicon carbide. *Thin Solid Films*, 1977, vol. 40, pp. 57–72.
23. Yang L., Chen Z., Wang B. Chemical vapor deposition of SiC at different molar ratios of hydrogen to methyltrichlorosilane. *Journal of central south university of technology*, 2009, vol. 16, pp. 0730–0737.
24. Ivashchenko V., Turchi P., Shevchenko V. Simulations of the mechanical properties of crystalline, nanocrystalline, and amorphous SiC and Si. *Physical Review B*, 2007, vol. 75, p. 085209.
25. Powell J., Will H. Low-temperature solid-state phase transformations in 2H silicon carbide. *Journal of applied physics*, 1972, vol. 43, pp. 1400–1408.
26. Ito K., Kanno H., Kawahara T., Goto T. 2H–SiC films grown by laser chemical vapor deposition. *Journal of the European ceramic society*, 2015, vol. 35, pp. 4611–4615.
27. Hagasawa H., Yagi K., Kawahara T. et al. Hetero- and homo-epitaxial growth of 3C–SiC for MOSFETs. *Microelectronic Engineering*, 2006, vol. 83, pp. 185–188.
28. Fanton M., Snyder D., Weiland B. et al. Growth of nitrogen-doped SiC boules by halide chemical vapor deposition. *Journal of crystal growth*, 2006, vol. 287, pp. 359–362.
29. Latha H., Udayakumar A., Prasad V. Microstructure and electrical properties of nitrogen doped 3C–SiC thin films deposited using methyltrichlorosilane. *Materials science in semiconductor processing*, 2015, vol. 29, pp. 117–123.
30. Nigam S., Chung H., Polyakov F. Growth kinetics study in halide chemical vapor deposition of SiC. *Journal of crystal growth*, 2005, vol. 284, pp. 112–122.
31. Fissel A. Thermodynamic consideration of the epitaxial growth of SiC polytypes. *Journal of crystal growth*, 2000, vol. 212, pp. 438–450.
32. Maltsev A., Maksimov A., Yushin N. 4H–SiC single crystal ingots grown on 6H–SiC and 15R–SiC seeds. *Institute physical conference series*, 1996, vol. 142, pp. 41–44.

33. Stein R., Lanig P. Control of polytype formation by surface anergy effects during the growth of SiC monocrystals by the sublimation method. *Journal of crystal growth*, 1993, vol. 131, pp. 71–74.
34. Feng Z., Lin H., Xin B. et al. Structural characteristic of 3C–SiC thin films grown on Si-face and C-face 4H–SiC substrates by high temperature chemical vapor deposition. *Vacuum*, 2023, vol. 207, p. 111643.
35. Kanaya M., Takanashi J., Fujiwara Y., Moritani A. Controlled sublimation growth of single crystalline 4HSiC and 6HSiC and identification of polytypes by xray diffraction. *Applied physics letters*, 1991, vol. 58, pp. 56–58.
36. Tairov Y., Tsvetkov V. General principles of growing large-size single crystals of various silicon carbide polytypes. *Journal of Crystal Growth*, 1981, vol. 52, pp. 146–150.
37. Luchinin V.V. *Structure and formation of micro- and nanosystems based on wide-band-gap materials possessing polymorphism*: thesis, Dr Sc. (Tech.). St. Petersburg, 1999, 503 p.
38. *Silicon Carbide*. Ed. G. Henisz, R. Roy. Trans. from English. Moscow: Mir, 1972, 387 p.
39. Shekhawat D., Sudhahar D., Doll J. et al. Phase formation of cubic silicon carbide from reactive silicon–carbon multilayers. *MRS Advances*, 2023, vol. 8, pp. 494–498.
40. Grieseler R., Gallino I., Duboisakaya N. et al. Silicon carbide formation in reactive silicon-carbon multilayers. *Materials science forum*, 2022, vol. 1062, pp. 44–48.
41. Omori M., Takei H., Fukuda T. Formation of cubic SiC crystals by gas-phase reaction. *Japanese journal of Applied Physics*, 1989, vol. 28, pp. 1217–1220.
42. Kuebler L., Hershkovitz E., Kouzminov D. et al. 4H to 3C polytypic transformation in Al⁺ implanted SiC during high temperature annealing. *Electronic materials letters*, 2023, vol. 20, pp. 345–351.
43. Heinz K., Bernhardt J., Schardt J., Starke U. et al. Functional surface reconstructions of hexagonal SiC. *Journal of physics: Condensed matter*, 2004, vol. 16, p. 1705.
44. Seino K., Oshiyama A. Energetics of the surface step and its morphology on the 3C–SiC(111) surface clarified by the density-functional theory. *Applied physics express*, 2020, vol. 13, p. 012206.
45. Kukushkin S.A., Osipov A.V. Microscopic description of the mechanism of transition between 2H and 4H polytypes of silicon carbide. *Fizika tverdogo tela*, 2019, vol. 61, pp. 422–425.
46. Yoo S., Matsunami H. Solid-state phase transformation in cubic silicon carbide. *Japanese Journal of Applied Physics*, 1991, vol. 30, pp. 545–549.
47. Jepps N., Page T. Polytypic transformation in silicon carbide. *Progress in crystal growth and characterization*, 1983, vol. 7, pp. 259–307.
48. Jayakumari S., Tangstad M. Transformation of β -SiC from charcoal, coal, and petroleum coke to α -SiC at higher temperatures. *Metallurgical and materials transaction B*, 2020, vol. 51, pp. 2673–2688.
49. Moberlychan W., Cao J., Gilbert C. et al. The cubic-to-hexagonal transformation to toughen SiC. *Ceramic microstructure: control at the atomic level*. New York: Plenum press, 1998, pp. 177–190.
50. Soukiassian P., Enriquez H. Atomic scale control and understanding of cubic silicon carbide surface reconstructions, nanostructures and nanochemistry. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2004, vol. 16, pp. 1611–1658.

Информация об авторах

Сидоров Денис Викторович, ведущий научный сотрудник, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Шавнев Андрей Александрович, заместитель начальника Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Denis V. Sidorov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 20.11.2025; получена после доработки 19.01.2026;
одобрена и принята к публикации после рецензирования 28.01.2026.
The article was submitted 20.11.2025; received in revised form 19.01.2026;
approved and accepted for publication after reviewing 28.01.2026.

Научная статья

УДК 621.318.1

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-123-132

МАГНИТОТВЕРДЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ НАВИГАЦИОННЫХ ПРИБОРОВ АВИАЦИИ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ НА ОСНОВЕ СМЕСИ НЕОДИМА И ПРАЗЕОДИМА

В.П. Пискорский¹, М.В. Потапов¹, Р.А. Валеев¹, А.В. Бузенков¹, Р.Б. Моргунов^{1, 2, 3}

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

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Федеральный исследовательский центр проблем химической физики и медицинской химии РАН, Черноголовка, Россия; office@icp.ac.ru

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тамбовский государственный технический университет», Тамбов, Россия; tstu@tstu.ru

Аннотация. Исследованы спеченные материалы для навигационных приборов авиации на основе празеодима с примесью неодима. Установлено, что при высоком содержании кобальта, необходимого для повышения температурной стабильности, примесь неодима допустима только в минимальных количествах. В материалах на основе неодима с увеличением содержания кобальта резко уменьшается содержание основной магнитной фазы $R_2(Fe, Co)_{14}B$. Установлено, что оптимальными магнитными свойствами обладает материал с минимальным содержанием церия.

Ключевые слова: редкоземельные магниты, намагниченность насыщения, остаточная индукция, коэрцитивная сила, температура спекания, температура отжига, кривая размагничивания, коэффициент прямоугольности кривой размагничивания

Для цитирования: Пискорский В.П., Потапов М.В., Валеев Р.А., Бузенков А.В., Моргунов Р.Б. Магнитотвердые материалы для навигационных приборов авиации, изготовленные на основе смеси неодима и празеодима // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 123–132. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-123-132.

Scientific article

HARD MAGNETIC MATERIALS FOR AVIATION NAVIGATION DEVICES MADE ON THE BASIS OF A MIXTURE OF NEODYMIUM AND PRASEODYMIUM

V.P. Piskorsky¹, M.V. Potapov¹, R.A. Valeev¹, A.V. Buzenkov¹, R.B. Morgunov^{1, 2, 3}

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

²Federal Research Center of Problems of Chemical Physics and Medicinal Chemistry RAS, Chernogolovka, Russia; office@icp.ac.ru

³Federal State Budgetary Educational Institution of High Education «Tambov State Technical University», Tambov, Russia; tstu@tstu.ru

Abstract. The work studies sintered materials for aviation navigation devices based on praseodymium with an impurity of neodymium. It has been established that at a high content of cobalt, which is necessary to increase the temperature stability, the impurity of neodymium is acceptable only in minimal quantities. In neodymium-based materials, the content of the main

magnetic phase $R_2(\text{Fe}, \text{Co})_{14}\text{B}$ decreases sharply with an increase in the content of cobalt. It had been established that a material with a minimum content of cerium has optimal magnetic properties.

Keywords: rare-earth magnets, saturation magnetization, residual induction, coercive force, sintering temperature, annealing temperature, demagnetization curve, «squareness» coefficient of demagnetization curve

For citation: Piskorsky V.P., Potapov M.V., Valeev R.A., Buzenkov A.V., Morgunov R.B. Hard magnetic materials for aviation navigation devices made on the basis of a mixture of neodymium and praseodymium. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 123–132. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-123-132.

Введение

Разработанный в НИИ прикладной механики им. академика В.И. Кузнецова динамически настраиваемый гироскоп (ДНГ) марки ДНГ-091 имеет следующие основные характеристики: масса 125 г, ресурс работы 140000 ч, скорость вращения 30000 мин^{-1} , величина измеряемой угловой скорости 10 градусов/с [1]. Длительная автономная работа инерциальных навигационных систем сопряжена со сложностью описания погрешностей их датчиков стандартными статистическими методами [2]. В рамках данного обзора исследуются источники шумов в микро электромеханических акселерометрах и гироскопах, а также анализируются подходы к их оценке.

Как отмечено в работе [2], погрешности таких датчиков можно классифицировать и количественно оценить двумя ключевыми методами: через дисперсию Аллана и анализ спектральной плотности мощности, что продемонстрировано на примере инерциальной системы ADIS16448. Практически подтверждена взаимосвязь между этими методами, а именно возможность вычисления дисперсии Аллана на основе данных о спектральной плотности. Адаптация этих методов для работы в реальном времени предоставляет возможность создания систем взаимной компенсации показаний разнородных сенсоров. Рассматриваются также технические средства и методики контроля информационно-измерительных систем. Особое внимание уделяется разработке и калибровке датчиков угла поворота для систем управления полетом. Описаны принцип построения испытательного стенда для оценки точности калибровки и процесс обучения нейронной сети, призванной нивелировать недостатки традиционных методов калибровки.

В работе [3] представлен сравнительный анализ классического подхода к совместной калибровке датчиков угла и метода, использующего нейронные сети.

Увеличение потребностей в системах управления движением для различных изделий стимулировало спрос на недорогие и высокопроизводительные навигационные приборы, что, в свою очередь, потребовало организации их крупносерийного производства. Появление принципиально новых типов гироскопов, таких как волоконно-оптические (ВОГ), твердотельные волновые (ТВГ), микромеханические и лазерные, ознаменовано проведением интенсивных исследований, начало которым положено еще во второй половине XX в. [4]. В активной фазе также находятся исследования по проектированию гироскопов, основополагающим принципом которых является квантовая оптика.

Согласно данным работы [4], в настоящее время с учетом уже имеющихся видов механических гироскопов широкий диапазон точности обеспечивается тремя конкурирующими технологиями. Создание бесплатформенных инерциальных навигационных систем (БИНС) стало возможным благодаря использованию лазерных гироскопов, имеющих стабильный масштабный коэффициент и дрейф нуля $\sim 10^{-2}$ градусов/ч.

Благодаря простоте и низкой стоимости БИНС с использованием лазерного гироскопа стали основным решением для авиации, что обеспечило их массовое производство. Например, компания Honeywell за два десятилетия (1995–2015 гг.) выпустила >300 тыс. триад лазерных гироскопов. На 1980-е гг. пришелся пик научных публикаций, посвященных разработке лазерных гироскопов, тогда как в настоящее время появляются новые данные только о локальных усовершенствованиях их конструкции. Дрейф нуля на уровне 10^{-3} – 10^{-1} градус/ч остается наиболее востребованным. С учетом того, что данный диапазон в ближайшее время не будет расширен, лазерные гироскопы занимают лидирующие позиции на рынке.

Позднее началась активная фаза исследований ВОГ с более низкими значениями точности, работа этого гироскопа основана на релятивистском эффекте Саньяка. Навигационные системы с использованием таких гироскопов появились лишь в XXI в. и смогли занять рыночную нишу благодаря трем преимуществам. Во-первых, в их производстве используются отработанные и недорогие компоненты волоконно-оптических сетей связи. Во-вторых, ВОГ не подвержен эффекту захвата встречных волн, в отличие от лазерных гироскопов. В-третьих, надежность ВОГ потенциально можно повысить путем вынесения источника излучения за пределы оптического контура, тогда как в лазерном гироскопе он расположен внутри резонатора. Следует отметить, что ВОГ незаменим в проектировании систем, где приоритетной характеристикой является автономная работа с высокой точностью в течение длительного времени. Достичь этого можно благодаря повышенной чувствительности ВОГ, которая обусловлена возможностью увеличения длины оптического волокна. Навигационные системы с применением ВОГ нашли применение в агрегатах, используемых преимущественно в судостроительной отрасли. При этом единственным сдерживающим фактором, ограничивающим его применение в более ответственной ракетно-космической технике, является меньшая, чем у лазерных гироскопов, стабильность масштабного коэффициента.

Космическая техника, например, США и Франции включает альтернативный тип гироскопа – ТВГ. Он разрабатывался для применения преимущественно в морских условиях. В сравнении с оптическими аналогами ТВГ опережает их по массогабаритной характеристике, но является более дорогостоящим.

Нельзя забывать и о гироскопе, принцип работы которого основан на ядерном магнитном резонансе. Такой гироскоп обладает средней и высокой точностью (дрейф нуля 10^{-3} – 10^{-2} градусов/ч) и повышенной стойкостью к механическим воздействиям [5–7].

Отдельного внимания требует микромеханический гироскоп, точность которого в обозримом будущем может быть значительно повышена – до уровня 10^{-1} градусов/ч. Перспективной, но сложно реализуемой в настоящее время является технология с использованием холодных атомов.

Ввиду масштабной конкуренции продолжают использоваться прецизионные электростатические гироскопы, но ведутся активные мероприятия по их замене на ВОГ, ТВГ и гироскопы, работающие на новых физических принципах, тогда как прочие виды механических гироскопов применяются ограниченно [4].

Особого внимания заслуживает ДНГ, имеющий три степени свободы во внутреннем подвесе и две взаимно ортогональные входные оси. Его точность находится в интервале 10^{-2} – 10^{-1} градус/ч [8]. Ключевая особенность ДНГ – способность точно компенсировать угловую жесткость упругих элементов подвеса инерционным моментом при выполнении условия динамической настройки [9].

Такие гироскопы нашли массовое применение в качестве чувствительного элемента в курсовых вертикалях и гиросtabilизаторах для авиации, спецтехники, автомобилестроения и добывающей промышленности [9]. В исследовании [10] представлена математическая модель собственной скорости прецессии ДНГ в режиме датчика угловой скорости, учитывающая его ориентацию в географической системе координат и реальное положение на испытательном стенде. Показано, что при отклонении платформы метод последовательного приближения позволяет определять параметры гироскопа с точностью, сопоставимой с аналитическими алгоритмами. Среди классических механических гироскопов ДНГ отличается оптимальным соотношением точности, стоимости и массогабаритных показателей [11]. По размерам, массе и стоимости ДНГ превосходит поплавковые гироскопы.

Экспериментально установлено, что вектор намагниченности ротора двигателя ДНГ вносит существенный вклад в его погрешность, которая может достигать 40 % от запуска к запуску [12]. Для функционирования ДНГ в его конструкции заложен кольцевой магнит с радиальной текстурой (КМРТ). Основное требование, предъявляемое к данным магнитам, – термическая стабильность, т. е. неизменность намагниченности при различных температурах. В противном случае потребуется применение в ДНГ устройства для стабилизации температуры, что усложнит его конструкцию. Магниты также должны иметь высокое значение коэрцитивной силы по намагниченности H_{cl} . Этим условиям удовлетворяют материалы системы Sm–Co, однако из них невозможно изготовить КМРТ, поскольку они разрушаются в процессе производства из-за возникновения радиальных трещин [13–16]. Это связано с тем, что при спекании за счет достаточно высокого значения коэффициента линейного теплового расширения возникают растягивающие напряжения, превышающие предел прочности материала при растяжении [17]. Именно поэтому из материалов системы Sm–Co можно изготавливать радиальные кольца для ДНГ только из отдельных сегментов (как правило, из восьми штук), что делает поле на поверхности кольца неоднородным и ухудшает точность гироскопа. При использовании материалов системы Nd(Pr)–Dy–Fe–Co–B эти напряжения сжимающие, поэтому их можно использовать для изготовления КМРТ [18, 19]. Хотя стоимость КМРТ в составе ДНГ незначительна относительно стоимости самого прибора, следует рассмотреть возможность изготовления магнита из неразделенной смеси неодима и празеодима. Такой подход может оказаться важным для сохранения производства в условиях нарушения поставок редкоземельных металлов. Кроме того, разделение лантаноидов – сложная задача вследствие близости их химических свойств, соответственно разделение неодима и празеодима значительно повышает их стоимость.

Материалы и методы

Слитки получали в вакуумной индукционной печи. В качестве исходных материалов использовали металлы: неодим НМ-1, празеодим ПрМ-1, диспрозий ДиМ-1, кобальт К0, а также железо АРМКО первого типа. Для создания рабочего слоя тигля применяли инертную керамику на основе оксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия. Легирование бором осуществляли, вводя в расплав ферроборную лигатуру состава $Fe_{88,7}B_{11,3}$. Полученный слиток подвергали дроблению в атмосфере азота до достижения фракции размером <315 мкм. Дальнейшее измельчение порошка до монокристаллического состояния проводили в мельнице, где в качестве защитной среды использовали хладон. Формование образцов выполняли методом прессования в магнитном поле напряженностью 800 кА/м. Затем спрессованные образцы спекали в вакуумной печи при температуре ~1100 °С с последующим отжигом.

Для определения плотности спеченных материалов применяли метод гидростатического взвешивания в дистиллированной воде [20].

Качественный и количественный анализ содержания основной магнитной фазы $R_2(Fe, Co)_{14}B$ проводили с помощью микрорентгеноспектрального анализа. Используемый микроанализатор обеспечивал регистрацию элементов в диапазоне от бора ($Z = 5$) до урана ($Z = 92$) с локальностью анализа 1 мкм^2 и глубиной проникновения $\sim 1 \text{ мкм}$. Магнитные характеристики измеряли на вибрационном магнитометре на образцах сферической формы. При измерении текстуру образцов направляли параллельно полю электромагнита.

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

Результаты и обсуждение

Типичные кривые размагничивания исследованных материалов представлены на рис. 1. Для удобства все данные измерений представлены в таблице. Как видно из данных таблицы (строки 3–6), концентрация церия в материале коррелирует с магнитными свойствами.

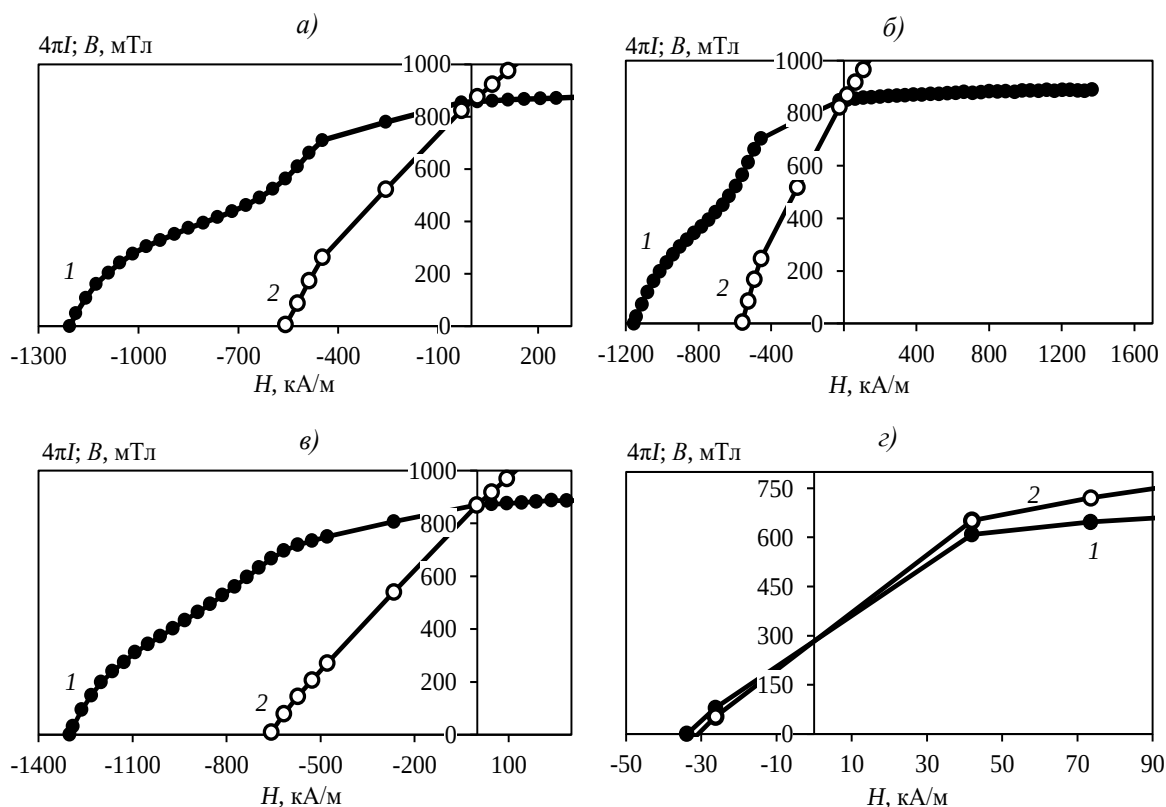


Рис. 1. Кривые размагничивания по намагниченности (1) и по индукции (2) спеченных материалов составов $(Nd_{0,30}Pr_{0,27}Dy_{0,25}Tb_{0,04}Ce_{0,14})_{14,72}(Fe_{0,79}Co_{0,21})_{79,10}B_{6,18}$ (а), $(Nd_{0,33}Pr_{0,28}Dy_{0,25}Tb_{0,04}Ce_{0,11})_{14,61}(Fe_{0,80}Co_{0,20})_{79,26}B_{6,13}$ (б), $(Nd_{0,37}Pr_{0,29}Dy_{0,25}Tb_{0,04}Ce_{0,06})_{14,39}(Fe_{0,80}Co_{0,20})_{79,58}B_{6,03}$ (в) и $(Nd_{0,34}Pr_{0,27}Dy_{0,32}Ce_{0,06})_{15,28}(Fe_{0,80}Co_{0,20})_{79,92}B_{4,8}$ (г), измеренные при температуре $20 \pm 5^\circ \text{C}$

Величина H_{cl} материала, не содержащего празеодим (строка 1), больше по сравнению с другими системами, однако все остальные характеристики значительно ухудшаются.

Свойства исследованных материалов

Состав материала в атомных долях	Термо- обра- ботка	ρ , кг/м ³	H_{cl} , кА/м	H_{cb} , кА/м	H_k , кА/м	B_r , мТл	$4\pi I_s$, мТл	SF
(Nd _{0,59} Dy _{0,41}) _{16,48} (Fe _{0,79} Co _{0,21}) _{75,95} B _{6,57}	Спека- ние	7760	1700	470	300	570	625	0,18
(Pr _{0,65} Dy _{0,35}) _{13,08} (Fe _{0,76} Co _{0,24}) _{78,95} B _{7,97}		7680	1114	606	390	770	820	0,35
(Nd _{0,30} Pr _{0,27} Dy _{0,25} Tb _{0,04} Ce _{0,14}) _{14,72} (Fe _{0,79} Co _{0,21}) _{79,10} B _{6,18}	Спека- ние + отжиг	7580	1200	550	250	850	900	0,21
(Nd _{0,33} Pr _{0,28} Dy _{0,25} Tb _{0,04} Ce _{0,11}) _{14,61} (Fe _{0,80} Co _{0,20}) _{79,26} B _{6,13}		7530	1156	560	200	850	900	0,17
(Nd _{0,37} Pr _{0,29} Dy _{0,25} Tb _{0,04} Ce _{0,06}) _{14,39} (Fe _{0,80} Co _{0,20}) _{79,58} B _{6,03}		7460	1300	650	300	870	900	0,23
(Nd _{0,39} Pr _{0,30} Dy _{0,25} Tb _{0,04} Ce _{0,03}) _{14,27} (Fe _{0,80} Co _{0,20}) _{79,77} B _{5,98}		7380	1100	700	300	840	905	0,27
Примечание. ρ – плотность, H_{cl} – коэрцитивная сила по намагниченности, H_{cb} – коэрцитивная сила по индукции, $4\pi I_s$ – намагниченность насыщения, B_r – остаточная индукция, H_k – магнитное поле «колена», SF – коэффициент прямоугольности кривой размагничивания.								

Можно отметить, что с уменьшением концентрации церия и, соответственно, с увеличением содержания неодима возрастают только коэрцитивная сила по индукции H_{cb} и коэффициент прямоугольности кривой размагничивания SF. Плотность материала ρ уменьшается. Все остальные характеристики (H_{cl} , $4\pi I_s$, B_r) остаются практически без изменений. Следует также учесть, что материал с неодимом содержит меньшее количество кобальта (0,21 атомных долей, как видно из таблицы), чем материал состава (Pr_{0,65}Dy_{0,35})_{13,08}(Fe_{0,76}Co_{0,24})_{78,95}B_{7,97}. Известно, что с увеличением концентрации кобальта содержание основной магнитной фазы R₂(Fe, Co)₁₄B (фаза А) уменьшается [21, 22], а значит, снижается намагниченность, поскольку именно эта фаза определяет данный показатель материала на основе редкоземельных металлов [23]. Содержание этой фазы для материалов на основе неодима и празеодима представлено на рис. 2.

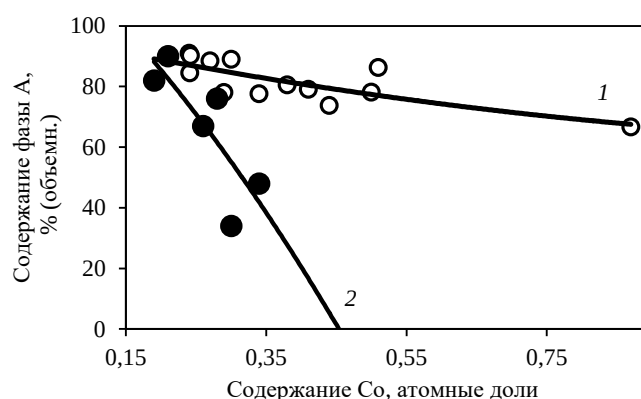


Рис. 2. Содержание основной магнитной фазы R₂(Fe, Co)₁₄B (фаза А) в спеченных материалах систем (Pr, Dy)–(Fe, Co)–B (1) и (Nd, Dy)–(Fe, Co)–B (2)

Содержание фазы А в материалах на основе празеодима значительно выше, чем в материалах на основе неодима. Возможно, это связано с меньшей скоростью диффузии в материалах на основе празеодима [24]. В работе [25] установлено, что спеченные материалы на основе празеодима имеют большую скорость уплотнения при спекании, чем материалы на основе неодима. Предполагается, что при спекании жидкая фаза в материалах на основе празеодима имеет лучшие смачивающие свойства по отношению к фазе R₂(Fe, Co)₁₄B, чем в материалах на основе неодима. Исходя из рис. 2, можно сделать вывод, что примесь неодима в данном случае вредна, и вопрос заключается только в ее допустимом количестве. Следует также обратить внимание на то, что с увеличением содержания кобальта в материалах на основе неодима резко уменьшается количество основной магнитной фазы. Между тем для термически стабильных материалов количество кобальта должно составлять не менее 1/3 от содержания железа.

Заключения

Для навигационных приборов с высоким содержанием кобальта примесь неодима в сплаве допустима только на уровне, не превышающем ~5 атомных долей. В противном случае с увеличением содержания кобальта может резко уменьшиться количество основной магнитной фазы $R_2(Fe, Co)_{14}B$. Выявлено, что оптимальными магнитными свойствами обладает материал с минимальным содержанием церия. На основании результатов сравнения актуальных цен и доступности редкоземельных металлов и с учетом того, что в настоящее время они производятся в основном в КНР [26, 27], следует сделать вывод о приоритетности применения материалов на основе неодима.

Работа выполнена в рамках тематической карты ФИЦ проблем химической физики и медицинской химии РАН 124013100858-3.

Список источников

1. Топильская С.В., Бородулин Д.С., Корнюхин А.В. Экспериментальная оценка допустимых механических воздействий на динамически настраиваемый гироскоп // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер.: Приборостроение. 2018. № 4. С. 69–79. DOI: 10.18698/0236-3933-2018-4-69-79.
2. Литвин М.А., Малюгина А.А., Миллер А.Б. и др. Типы ошибок в инерциальных навигационных системах и методы их аппроксимации // Информационные процессы. 2014. Т. 14. № 4. С. 326–339.
3. Смирнов В.А., Снедков А.Б. Адаптивная калибровка датчика угла гироскопа // Омский научный вестник. 2021. № 3 (177). С. 85–88. DOI: 10.25206/1813-8225-2021-177-85-88.
4. Пешехонов В.Г. Перспективы развития гироскопии // Гироскопия и навигация. 2020. Т. 28. № 2. С. 3–10. DOI: 10.17285/0869-7035.0028.
5. Умарходжаев Р.М., Павлов Ю.В., Васильева А.Н. История разработки гироскопа на основе ядерного магнитного резонанса в России в 1960–2000 годы // Гироскопия и навигация. 2018. Т. 26. № 1. С. 3–27. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.003-027.
6. Вершовский А.К., Литманович Ю.А., Пазгалев А.С., Пешехонов В.Г. Гироскоп на ядерном магнитном резонансе: предельные характеристики // Гироскопия и навигация. 2018. Т. 26. № 1. С. 55–80. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.055-080.
7. Померанцев Н.М., Скроцкий Г.В. Физические основы квантовой гироскопии // Успехи физических наук. 1970. Т. 100. Вып. 3. С. 361–394.
8. Мартыненко Ю.Г. Тенденции развития современной гироскопии // Соросовский образовательный журнал. 1997. № 11. С. 120–127.
9. Королев М.Н. Исследование технических характеристик современных типов датчиков угловой скорости // 12-я Междунар. науч.-техн. конф. «Приборостроение–2019». М., 2019. С. 21–23.
10. Синюань Т., Подчерзцев В.П. Алгоритмы аттестации динамически настраиваемого гироскопа в условиях реальной ориентации относительно географической системы координат // Инженерный журнал: наука и инновации. 2017. Вып. 10. С. 1–15. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-10-1691.
11. Чиркин Д.С., Рословец П.В., Татаринов Ф.В., Новиков Л.З. Уменьшение дрейфа динамически настраиваемого гироскопа от запуска к запуску // Инженерный журнал: наука и инновации. 2017. Вып. 1. С. 1–11. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-01-1579.
12. Королев М.Н., Малютин Д.М. Анализ технических характеристик чувствительных элементов индикаторных гироскопических стабилизаторов // Известия Тульского государственного университета. Технические науки. 2019. Вып. 8. С. 30–46.
13. Tian J., Pan D., Zhou H. et al. Radial cracks and fracture mechanism of radially oriented ring 2:17 type Sm–Co magnets // Journal of Alloys and Compounds. 2009. Vol. 476. P. 98–101.

14. Tian J., Qu X., Zhang S. Influence of heat treatment on fracture and magnetic properties of radially oriented $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ permanent magnets // Transaction Nonferrous Metallic Society China. 2007. Vol. 17. P. 491–495.
15. Tian J., Qu X., Zhang S. et al. Magnetic properties and microstructure of radially oriented $\text{Sm}(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Cu}, \text{Zr})_z$ ring magnets // Materials Letters. 2007. Vol. 61. P. 5271–5274.
16. Матусевич В.А., Геть А.Н., Шарабан Ю.В. Применение высококоэрцитивных постоянных магнитов в самолетных агрегатах // Электротехника и электромеханика. 2006. № 1. С. 33–35.
17. Li A., Li W., Wang H. et al. The study on thermal expansion of sintered $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ magnets // IEEE Transactions on Magnetics. 2009. Vol. 45. No. 10. P. 4402–4403.
18. Потапов М.В., Валеев Р.А., Моргунов Р.Б., Пискорский В.П. Свойства спеченных магнитов $(\text{Pr}, \text{Nd}, \text{Ce}, \text{Dy})(\text{Fe}, \text{Co})\text{B}$, полученных из неочищенных редкоземельных металлов // Труды ВИАМ. 2025. № 2 (144). С. 65–74. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-65-74.
19. Бузенков А.В., Бурканов М.В., Валеев Р.А., Пискорский В.П. Влияние легирующих элементов и технологии получения на свойства спеченных магнитов $\text{Pr}(\text{Nd})\text{--Dy}(\text{M})\text{--Fe--Co--B}$ (M: Tb, Ce, Sm) // Труды ВИАМ. 2024. № 6 (136). С. 69–79. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-69-79.
20. Определение плотности тел гидростатическим взвешиванием: методические рекомендации. Иркутск: Иркутск. гос. ун-т, 2003. 15 с.
21. Валеев Р.А., Пискорский В.П., Королев Д.В., Моргунов Р.Б. Оптимизация содержания кобальта как способ температурной стабилизации редкоземельных магнитов // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). С. 58–66. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-58-66.
22. Валеев Р.А., Королев Д.В., Моргунов Р.Б., Пискорский В.П. Вклад фаз в намагниченность спеченных материалов Nd--Dy--Fe--Co--B // Труды ВИАМ. 2022. № 11 (117). С. 60–68. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-60-68.
23. Herbst J.F. $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ materials: intrinsic properties and technological properties and technological aspects // Reviews of Modern Physics. 1991. Vol. 63. No. 4. P. 819–898.
24. Faria R.N., Davies B.E., Brown D.N. et al. Microstructural and magnetic studies of cast and annealed Nd and PrFeCoBZr alloys and HDDR materials // Journal of Alloys and Compounds. 2000. Vol. 296. P. 223–228.
25. Taylor M.G., Davies B.E., Harris I.R. A comparative study of the sintering behavior of NdFeB and PrFeB for permanent magnet applications // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2002. Vol. 242–245. P. 1375–1377.
26. 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.
27. Крюков Я.В., Самсонов Н.Ю., Яценко В.А. Российская редкоземельная промышленность: следует ли перенять опыт Китая? // ЭКО. 2018. № 10 (532). С. 138–152. DOI: 10.30680/ЭКО0131-7652-2018-10-138-152.

References

1. Topilskaya S.V., Borodulin D.S., Korniyukhin A.V. Experimental assessment of permissible mechanical effects on a dynamically tuned gyroscope. *Vestnik MGTU im. N.E. Bauman. Ser.: Priborostroenie*, 2018, no. 4, pp. 69–79. DOI: 10.18698/0236-3933-2018-4-69-79.
2. Litvin M.A., Malyugina A.A., Miller A.B. et al. Types of errors in inertial navigation systems and methods of their approximation. *Informatsionnye protsessy*, 2014, vol. 14, no. 4. pp. 326–339.
3. Smirnov V.A., Snedkov A.B. Adaptive Calibration of a Gyroscope Angle Sensor. *Omskiy nauchnyy vestnik*, 2021, no. 3 (177), pp. 85–88. DOI: 10.25206/1813-8225-2021-177-85-88.
4. Peshekhonov V.G. Gyroscopy Development Prospects. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2020, vol. 28, no. 2, pp. 3–10. DOI: 10.17285/0869-7035.0028.

5. Umarkhodzhaev R.M., Pavlov Yu.V., Vasilyeva A.N. History of the Development of a Gyroscope Based on Nuclear Magnetic Resonance in Russia in the 1960s–2000s. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2018, vol. 26, no. 1, pp. 3–27. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.003-027.
6. Vershovskiy A.K., Litmanovich Yu.A., Pazgalev A.S., Peshekhonov V.G. Nuclear Magnetic Resonance Gyroscope: Limiting Characteristics. *Giroskopiya i navigatsiya*, 2018, vol. 26, no. 1, pp. 55–80. DOI: 10.17285/0869-7035.2018.26.1.055-080.
7. Pomerantsev N.M., Skrotsky G.V. Physical Foundations of Quantum Gyroscopy. *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 1970, vol. 100, is. 3, pp. 361–394.
8. Martynenko Yu.G. Trends in the Development of Modern Gyroscopy. *Sorosovskiy obrazovatelnyy zhurnal*, 1997, no. 11, pp. 120–127.
9. Korolev M.N. Study of Technical Characteristics of Modern Types of Angular Rate Sensors. *12th Int. Sc. and Tech. Conf. «Instrument Engineering–2019»*. Moscow, 2019, pp. 21–23.
10. Xinyuan T., Podchezertsev V.P. Algorithms for Certification of a Dynamically Tuned Gyroscope under Conditions of Real Orientation Relative to a Geographic Coordinate System. *Inzhenernyi zhurnal: nauka i innovatsii*, 2017, is. 10, pp. 1–15. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-10-1691.
11. Korolev M.N., Malyutin D.M. Analysis of technical characteristics of sensitive elements of indicator gyroscopic stabilizers. *Izvestiya Tulskogo gosudarstvennogo universiteta. Tekhnicheskie nauki*, 2019, is. 8, pp. 30–46.
12. Chirkin D.S., Roslovets P.V., Tatarinov F.V., Novikov L.Z. Reducing the drift of a dynamically tuned gyroscope from launch to launch. *Inzhenernyi zhurnal: nauka i innovatsii*, 2017, is. 1, pp. 1–11. DOI: 10.18698/2308-6033-2017-01-1579.
13. Tian J., Pan D., Zhou H. et al. Radial cracks and fracture mechanism of radially oriented ring 2:17 type Sm–Co magnets. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, vol. 476, pp. 98–101.
14. Tian J., Qu X., Zhang S. Influence of heat treatment on fracture and magnetic properties of radially oriented Sm₂Co₁₇ permanent magnets. *Transaction Nonferrous Metallic Society China*, 2007, vol. 17, pp. 491–495.
15. Tian J., Qu X., Zhang S. et al. Magnetic properties and microstructure of radially oriented Sm(Co, Fe, Cu, Zr)_z ring magnets. *Materials Letters*, 2007, vol. 61, pp. 5271–5274.
16. Matusevich V.A., Getya A.N., Sharaban Yu.V. Application of high-coercivity permanent magnets in aircraft units. *Elektrotehnika i elektromekhanika*, 2006, no. 1, pp. 33–35.
17. Li A., Li W., Wang H. et al. The study on thermal expansion of sintered Sm₂Co₁₇ magnets. *IEEE Transactions on Magnetics*, 2009, vol. 45, no. 10, pp. 4402–4403.
18. Potapov M.V., Valeev R.A., Morgunov R.B., Piskorsky V.P. Properties of sintered magnets (Pr, Nd, Ce, Dy)(Fe, Co)B obtained from unrefined rare earth metals. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 65–74. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 12, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-65-74.
19. Buzenkov A.V., Burkanov M.V., Valeev R.A., Piskorsky V.P. Influence of alloying elements and production technology on the properties of sintered magnets Pr(Nd)–Dy(M)–Fe–Co–B (M: Tb, Ce, Sm). *Trudy VIAM*, 2024, no. 6 (136), pp. 69–79. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 12, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-69-79.
20. *Determination of the density of bodies by hydrostatic weighing: methodological recommendations*. Irkutsk: Irkutsk State Univ., 2003, 15 p.
21. Valeev R.A., Piskorsky V.P., Korolev D.V., Morgunov R.B. Optimization of the cobalt content as a way of temperature stabilization of rare earth magnets. *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 58–66. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-58-66.
22. Valeev R.A., Piskorsky V.P., Korolev D.V., Morgunov R.B. Optimization of the cobalt content as a way of temperature stabilization of rare earth magnets. *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), pp. 60–68. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-60-68.
23. Herbst J.F. R₂Fe₁₄B materials: intrinsic properties and technological properties and technological aspects. *Reviews of Modern Physics*, 1991, vol. 63, no. 4, pp. 819–898.

24. Faria R.N., Davies B.E., Brown D.N. et al. Microstructural and magnetic studies of cast and annealed Nd and PrFeCoBZr alloys and HDDR materials. *Journal of Alloys and Compounds*, 2000, vol. 296, pp. 223–228.
25. Taylor M.G., Davies B.E., Harris I.R. A comparative study of the sintering behavior of NdFeB and PrFeB for permanent magnet applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2002, vol. 242–245, pp. 1375–1377.
26. 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.
27. Kryukov Ya.V., Samsonov N.Yu., Yatsenko V.A. Russian Rare Earth Industry: Should We Learn from China's Experience? *ECO*, 2018, no. 10 (532), pp.138–152. DOI: 10.30680/ЭСО0131-7652-2018-10-138-152.

Информация об авторах

Пискорский Вадим Петрович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Потапов Максим Викторович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

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

Моргунов Роман Борисович, ведущий научный сотрудник, д.ф.-м.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru; главный научный сотрудник, ФИЦ ПХФ и МХ РАН, office@icp.ac.ru; профессор, ТГТУ, tsu@tsu.ru

Information about the authors

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

Maksim V. Potapov, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

Roman B. Morgunov, Leading Researcher, Doctor of Sciences (Phys. & Math.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru; Chief Researcher, FRC PCPMC RAS, office@icp.ac.ru; Professor, TSTU, tsu@tsu.ru

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 15.12.2025.
The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 15.12.2025.

Научная статья

УДК 629.7.023.222:632.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-133-144

ТОКСИЧНОСТЬ МИКРОЧАСТИЦ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ**Часть 1. Источники, состав и пути миграции в окружающей среде***А.Б. Лаптев¹, Г.Г. Матишов², Н.И. Булышева², 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

²Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ростов-на-Дону, Россия; ssc-ras@ssc-ras.ru

Аннотация. Представлены исторические аспекты и результаты комплексного анализа проблемы загрязнения морской среды микрочастицами пластика из лакокрасочных покрытий. Детально описаны источники поступления и химический состав микрочастиц покрытий, включая тяжелые металлы, стойкие органические загрязнители и соединения, вызывающие эндокринные нарушения. Проанализированы основные пути образования микрочастиц на всех этапах жизненного цикла покрытий: производство, нанесение, эксплуатация и утилизация. Особое внимание уделено механизмам накопления микрочастиц в прибрежных экосистемах и их воздействию на морские организмы через трофические цепи.

Ключевые слова: деградация покрытий, лакокрасочные материалы, микропластик, старение полимеров, токсичность, экология

Для цитирования: Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Кривушина А.А., Старцев В.О. Токсичность микрочастиц лакокрасочных покрытий. Часть 1. Источники, состав и пути миграции в окружающей среде // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 133–144. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-133-144.

Scientific article

TOXICITY OF MICROPARTICLES OF PAINT COATINGS**Part 1. Sources, composition and ways of migration in the environment***A.B. Laptev¹, G.G. Matishov², N.I. Bulysheva², A.A. 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

²Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Rostov-on-Don, Russia; ssc-ras@ssc-ras.ru

Abstract. The article provides a comprehensive analysis of the problem and historical aspects of marine environmental pollution by plastic microparticles from paint coatings. The sources of intake and the chemical composition of microparticles paintwork are described in detail, including heavy metals, persistent organic pollutants and endocrine disruptors. The main ways of microparticle emission at all stages of the coating life cycle are analyzed: production, application, operation and disposal. Special attention is paid to the mechanisms of accumulation of microparticles in coastal ecosystems and their effects on marine organisms through trophic chains.

Keywords: degradation of coatings, paints and varnishes, microplastics, polymer aging, toxicity, ecology

For citation: Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O. Toxicity of micro-particles of paint coatings. Part 1. Sources, composition and ways of migration in the environment. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 133–144. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-133-144.

Введение

В научных публикациях загрязнение морской среды мусором впервые признано потенциально серьезной экологической проблемой в 1970-х гг. [1]. Научное сообщество заявило о появлении искусственных объектов, плавающих на морской поверхности [2–5], а также скапливающихся на морском дне [6, 7] и береговой линии [8, 9].

В соответствии с современной экологической таксономией, любой синтезированный или полученный в результате вторичной переработки материал, обладающий повышенной резистентностью к химико-биологической деградации в условиях водной среды, подлежит классификации в качестве антропогенного загрязнителя техногенного происхождения [10]. К указанной категории относятся объекты и изделия, выведенные из эксплуатационного цикла, утилизированные ненадлежащим образом либо представляющие собой заброшенные конструкции, локализованные в прибрежных и морских экосистемах [11]. Существенный вклад в увеличение объема скапливающегося морского мусора антропогенной природы вносят экстремальные гидрометеорологические и геофизические явления (цунами, паводки, циклоны), способствующие его перемещению с береговой линии и прилегающих территорий в акватории Мирового океана, инициируя процесс дальнейшего распространения загрязнителей [12, 13]. Попадая в морскую среду, данные объекты оказывают негативное воздействие на биоту через различные механизмы влияния [14].

Более двух тысячелетий на океанические экосистемы оказывалась антропогенная нагрузка, связанная с захоронением отходов, что исторически обосновывалось концепцией неограниченного ассимиляционного потенциала океана. Подобная практика не вызывала значительных экологических последствий при низкой плотности населения прибрежных зон и доминировании биodeградируемых материалов в структуре отходов [15, 16]. Однако экспоненциальное повышение демографических показателей в комбинации с экономической и потребительской экспансией со второй половины XX в. коррелирует с критическим увеличением загрязнения морских акваторий [17–21]. В настоящее время ~50 % мирового населения концентрируется в 150-километровой прибрежной зоне [22]. Указанные факторы обуславливают увеличение объемов генерации отходов, в том числе материалов с крайне низкой скоростью биodeградации (полимерные композиции), что приводит к их аккумуляции в океанических экосистемах [23].

Характеристики частиц микропластика в океанической среде

Синтетические полимеры с периодом полураспада в морских условиях, исчисляемым столетиями, подвергаются фрагментации с образованием микро- и наночастиц, что повышает их биодоступность для гидробионтов [24]. В состав современных полимерных композиционных матриц, являющихся основой широкого спектра изделий, включают ряд технологических добавок (пластификаторы, стабилизаторы, антипирены), а в процессе модификации и эксплуатации они абсорбируют из окружающей среды посторонние химические контаминанты. Особую экологическую опасность представляют вещества, нарушающие работу эндокринной системы (Endocrine Disrupting Chemicals). Данные соединения демонстрируют выраженные негативные эффекты в отношении гидробионтов даже при ультранизких концентрациях в водной среде, формируя тем самым долгосрочные кумулятивные риски для устойчивости морских

экосистем, сохранения биоразнообразия и продовольственной безопасности, связанной с биоресурсами океана. В связи с этим в последнее время инициировано и реализовано множество научных изысканий, целью которых являются систематизация данных, ликвидация существующих пробелов в знаниях и построение количественных моделей, описывающих механизмы и масштабы воздействия пластиковых загрязнителей и их дериватов на морскую биоту и абиотические компоненты окружающей среды [25].

Антропогенное воздействие на океанические системы не ограничивается загрязнением [26, 27], а включает комплекс физико-химических процессов:

- механические преобразования береговой линии и донных структур;
- персистентное химическое и биологическое загрязнение, источником которого служат сточные воды промышленного, городского и сельскохозяйственного происхождения;
- кумулятивные последствия технологических операций, таких как дноуглубительные работы, опреснение, интенсивное судоходство и добыча полезных ископаемых на шельфе.

Указанные факторы, находясь в синергетическом взаимодействии с такими явлениями, как интродукция аллохтонных (инвазивных) биологических видов, хроническое акустическое загрязнение антропогенного генезиса и крупномасштабные климатические изменения (окисление водной среды, эвстатическое повышение уровня моря, изменение солености, учащение экстремальных метеорологических событий), способны инициировать каскад необратимых реакций. К ним относятся структурно-функциональные перестройки пелагических и бентосных сообществ, деградация трофических связей, сокращение генетического разнообразия ключевых видов и, как следствие, критическое снижение устойчивости и резильентности сложноорганизованных океанических экосистем к внешним воздействиям [18, 28–35].

Гипотеза о роли микропластика, включая частицы, образующиеся при деградации лакокрасочных покрытий (ЛКП), как переносчика гидрофобных органических соединений (ГОС) в трофические цепи морских экосистем является ключевой парадигмой для оценки комплексной экологической опасности и количественной оценки рисков, связанных с загрязнением водной среды полимерными материалами [36]. Данная концептуальная модель получила широкое распространение в научном дискурсе, однако требует строгой экспериментальной и теоретической верификации.

В работе [36] приводится критический систематический анализ научно-технической литературы, посвященной проверке указанной гипотезы. Благодаря использованию оригинальных расчетных методов для обработки опубликованных эмпирических данных противоречивые результаты различных исследовательских групп систематизированы в унифицированную интерпретационную модель. Показано, что значительная часть расхождений в выводах обусловлена различиями в исходных постулатах и дизайне экспериментов, т. е. фактической проверкой неидентичных рабочих гипотез. При реинтерпретации накопленных экспериментальных данных с использованием единой концепции, соответствующей исходной гипотезе о сорбционно-десорбционном переносе ГОС, противоречивые результаты становятся логически согласованными и укладываются в целостную объяснительную модель. Распределение ГОС в системе «вода–пластик» подчиняется закономерностям сорбционного равновесия. Рассчитано, что доля ГОС, сорбируемых пластиком, существенно уступает доле соединений, сорбируемых другими средами в океане.

Загрязнение водных экосистем пластиковыми отходами вызывает беспокойство как с этико-эстетических позиций, так и в контексте потенциальных угроз для здоровья биоты и устойчивости экосистем (рис. 1). В научно-технической литературе

детально задокументированы механизмы прямого физического воздействия макропластика (фракция частиц размером >5 мм) на гидробионты, включая его заглатывание и запутывание в нем. Однако убедительных доказательств каскадного негативного воздействия макропластика на уровень популяций или целостных биоценозов в настоящее время недостаточно. Менее изученным остается вопрос о комплексном экотоксикологическом влиянии микропластика (фракция частиц размером <5 мм), что определяет его в качестве приоритетного объекта исследований.



Рис. 1. Взаимодействие микропластика с живыми организмами

Методологический аппарат изучения микропластика находится в стадии активного формирования. Ранние работы, посвященные оценкам его распространения и патогенеза воздействия, зачастую опирались на фрагментарные подходы. К таковым относятся, например, изолированная регистрация локально высоких концентраций без учета фоновых уровней или постановка экспериментов в условиях, неадекватно представляющих реальную среду (искусственно завышенные концентрации, нерепрезентативные виды тест-объектов). Несмотря на это, ряд современных публикаций предоставляет новые доказательства синергетических эффектов, что актуализирует задачу гармонизации методологий и максимальной аппроксимации экспериментальных условий к натурным. Ключевым требованием для получения надежных данных, необходимых для оценки рисков на популяционном и экосистемном уровнях, является учет двух фундаментальных аспектов: возрастного распределения микропластика в акватории и кинетики установления сорбционного равновесия с ГОС.

Основой для моделирования возрастного распределения микропластика в морских акваториях служат задокументированные данные о глобальном производстве полимеров, демонстрирующие экспоненциальное возрастание объемов с 1,7 млн т в 1950 г. до ~299 млн т в 2013 г. (рис. 2). Данные общемировой динамики производства пластика можно аппроксимировать полиномом второй степени, который отражает основной тренд, нивелируя незначительные колебания, связанные с периодами экономической стагнации (1970-е, 1980-е, 2007 гг.). В упрощенной модели предполагается, что

в Мировой океан ежегодно поступает относительно постоянная доля от общего объема произведенного пластика. Таким образом, отходы, выброшенные на ранних этапах производства, имеют «экологический возраст» ~60 лет, тогда как отходы 2014 г. – менее 1 года. Учет ежегодных объемов отходов и времени их пребывания в среде позволяет смоделировать кумулятивное возрастное распределение всего пластикового загрязнения в океане.

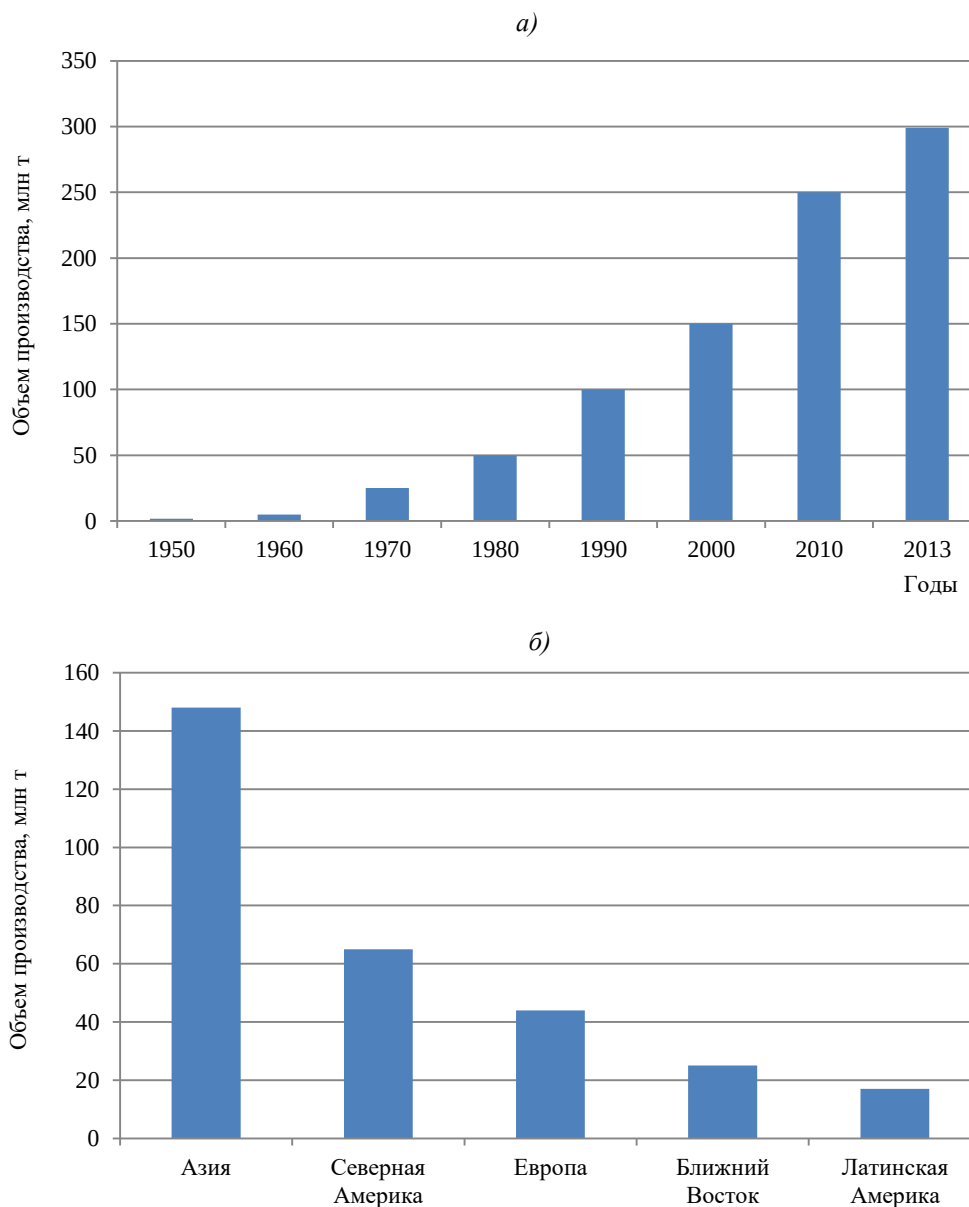


Рис. 2. Мировое (а) и региональное, по данным на 2013 г. (б), производство пластика

Согласно результатам моделирования для 2015 г., ~50 % всего пластика находилось в океане более 13 лет, в то время как возраст 80 и 90 % этого загрязнения превышает 4 и 2 года соответственно. Анализ динамики производства пластика в Европе дает схожее, но несколько смещенное распределение: 50 и 90 % пластика имеет возраст более 17 и 3 лет соответственно.

Механизмы десорбции ГОС из пластика являются общими для всех непереваживаемых сорбентов и определяют чистое потребление микропластика. На рис. 3 показано

относительное распределение естественных и искусственных загрязнений Мирового океана, на долю которых приходится 95,8 и 4,2 % соответственно.

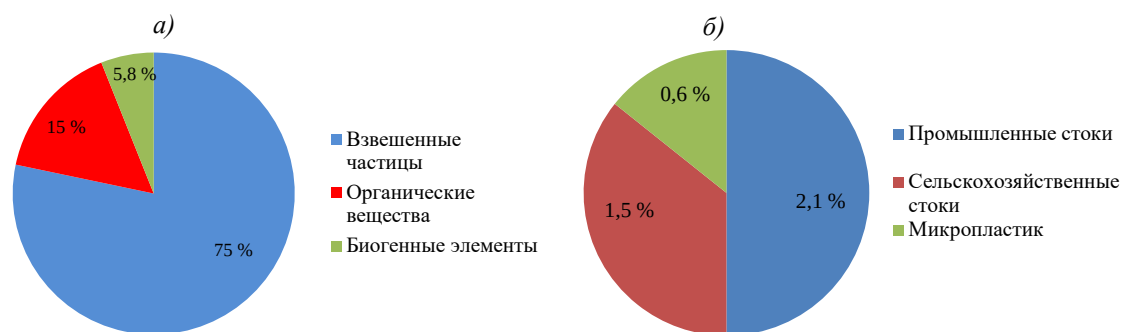


Рис. 3. Относительное распределение естественных (а) и искусственных (б) загрязнений в Мировом океане

Согласно данным рис. 3, количество микропластика как загрязняющего океаны вещества незначительно и составляет 0,6 %, при этом на долю частиц ЛКП приходится 0,0000000000000001 % [36]. Тем не менее в прибрежных районах его концентрация может быть значительно выше. С этой точки зрения важно изучать не микропластики в целом, а микрочастицы ЛКП.

Поступление и накопление пластика в окружающей среде

Накопление микрочастиц пластика из морской воды организмами (рачки, моллюски, рыбы, млекопитающие и др.) [37–41] происходит несколькими способами:

- десорбция из пластика с последующим поглощением природными органическими частицами и дальнейшим проглатыванием в качестве добычи (косвенный источник), а также поглощение при проглатывании обычных (неполимерных) предметов [42];
- поглощение путем переноса через кожу или жаберы [43, 44].

Механизм поглощения крупных частиц (обломков) может нуждаться в дальнейшем экспериментальном подтверждении. Однако в настоящее время этот процесс уже хорошо изучен для животных и человека [45]. Неперевариваемые невсасываемые липофильные полимерные фазы, такие как жидкий парафин [46, 47] или активированный уголь, ускоряют выведение загрязнителей и снижают нагрузку на организм.

Содержание пластика в Мировом океане составляет $\sim 10^{-14}$ % от его общего объема. Необходимо отметить, что океаны не представляют собой единый однородный бассейн. Кроме того, источники и виды пластмасс существенно не влияют на распределение микропластика по всему миру. Микропластик концентрируется ближе к источнику загрязнения – у берегов и вдоль течений, поэтому загрязняет береговую линию и пелагиаль водоемов – именно те зоны, в которых наиболее активно развиваются флора и фауна.

Пространственное распределение концентраций микропластика в морской среде характеризуется крайней неоднородностью и региональной вариабельностью. Данный параметр является функцией множества взаимосвязанных факторов, основными из которых выступают: локальный объем загрязняющих полимерных материалов (включая частицы ЛКП), гидродинамический режим акватории (наличие и скорость прибрежных течений, циркуляционные паттерны), а также климатические параметры (температура воды, скорость и режим ветра). Значительное количество факторов, определяющих динамику и трансформацию пластикового дебриса, требует количественной оценки.

В частности, важно исследовать процессы атмосферного и гидросферного старения полимерных матриц, особенно ЛКП. Необходимо установить кинетику и вклад таких параметров, как интенсивность ультрафиолетового излучения, циклические колебания температуры и влажности, в процессы фотоокислительной деструкции, охрупчивания и последующего отслоения покрытий с эксплуатируемых поверхностей (корпусов судов, гидротехнических сооружений) [48–50]. Ключевым является вопрос о степени устойчивости различных типов ЛКП к процессам выветривания и их способности к трансграничному переносу в форме микрочастиц. Основной задачей экотоксикологии является переход от констатации наличия микропластика в Мировом океане к оценке его биологического воздействия. Для этого требуется провести исследования, устанавливающие дозозависимый отклик и пороговые концентрации микрочастиц ЛКП на ключевые физиологические, репродуктивные функции и жизнеспособность гидробионтов на индивидуальном и популяционном уровнях.

Заключения

Микрочастицы ЛКП представляют собой источник загрязнения морской среды. Их опасность обусловлена не только самим фактом присутствия пластиковых частиц в экосистемах, но и их химическим составом, включающим токсичные добавки, тяжелые металлы и стойкие органические загрязнители. Пути поступления микрочастиц ЛКП в окружающую среду многообразны и охватывают весь жизненный цикл покрытий – от производства до утилизации. Особую опасность представляют операции по удалению покрытий, при которых образуются высокодисперсные частицы, легко попадающие в водные экосистемы.

Анализ возрастного распределения микропластика в океанах показывает, что значительная часть пластиковых отходов накапливается в морской среде десятилетиями, создавая долгосрочную угрозу для морских экосистем. Концентрация микрочастиц значительно варьирует в зависимости от региона, при этом наибольшие концентрации наблюдаются в прибрежных зонах с высокой биологической активностью.

Необходимость разработки комплексных мер по снижению объемов микрочастиц ЛКП в окружающей среде и оценки их воздействия на морские экосистемы очевидна и требует безотлагательных действий. Дальнейшие исследования необходимо направить на уточнение механизмов миграции и трансформации микрочастиц ЛКП в морской среде, оценку их потенциала к биоаккумуляции и разработку эффективных методов предотвращения их поступления в окружающую среду.

Статья подготовлена при финансовой поддержке Минобрнауки России (Соглашение № 075-15-2024-528 от 24.04.2024 на реализацию крупных научных проектов по приоритетным направлениям научно-технологического развития).

Список источников

1. Marine debris pollution in the Pacific. Literature review // SPREP. URL: https://www.sprep.org/attachments/2014SM25/Noumea/12NC_WP.7.7_Annex_1_Literature_review_-_Marine_Debris_Pacific_-_Final.pdf (дата обращения: 27.11.2025).
2. Heyerdahl T. Atlantic Ocean pollution and biota observed by the Ra expeditions // Biological Conservation. 1971. Vol. 3. No. 2. P. 164–167.
3. Carpenter E.J., Anderson S.J., Harvey G.R. et al. Polystyrene spherules in coastal waters // Science. 1972. Vol. 173. P. 749–750.
4. Venrick E.L., Backman T.W., Bartram W.C. et al. Man-made objects on the surface of the Central North Pacific Ocean // Nature. 1973. Vol. 241. P. 271.

5. Colton Jr. J.B., Knapp F.D., Burns B.R. Plastic particles in surface waters of the Northwestern Atlantic // *Science*. 1974. Vol. 185. P. 491–497.
6. Holmstrom A. Plastic films on the bottom of the Skagerack // *Nature*. 1975. Vol. 255. P. 622–623.
7. Feder H.M., Jewett S.C., Hilsinger J.R. Man-made debris on the Bering Sea floor // *Marine Pollution Bulletin*. 1978. Vol. 9. No. 2. P. 52–53.
8. Scott G. Plastic packaging and coastal pollution // *International Journal of Environmental Studies*. 1972. Vol. 3. P. 35–36.
9. Gregory M.R. Plastic pellets on New Zealand beaches // *Marine Pollution Bulletin*. 1977. Vol. 8. No. 4. P. 82.
10. *Marine Debris: sources, impacts, and solutions* / eds. J.E. Coe, D.B. Rogers. New York: Springer, 1997. 432 p.
11. *Marine Litter: A Global Challenge*. Nairobi: UNEP, 2009. 232 p.
12. Rüdél H., Müller J., Quack M. et al. Monitoring of hexabromocyclododecane diastereomers in fish from European freshwaters and estuaries // *Environmental Science and Pollution Research*. 2012. Vol. 19. P. 772–783.
13. Matishov G.G., Laptev A.B., Akhiyarov R.Zh. et al. Method of accounting for the accelerated destruction of coupon edges when determining the effectiveness of corrosion inhibitors // *Corrosion Reviews*. 2025. Vol. 44 (1). P. 20240143. DOI: 10.1515/correv-2024-0143.
14. Derrike J.G.B. Marine pollution by plastic debris: an overview // *Marine Pollution Bulletin*. 2002. Vol. 44. P. 842–852. DOI: 10.1016/S0025-326X(02)00220-5.
15. Gregory M.R., Andrady A.L. *Plastics in the marine environment* // *Plastics and the environment* / ed. A.L. Andrady. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2003. P. 379–397.
16. Sheavly S., Register K.M. Marine debris & plastics: environmental concerns, sources, impacts and solutions // *Journal of Polymers and the Environment*. 2007. Vol. 15. P. 301–305.
17. Лаптев А.Б., Садков В.Р., Николаев Е.В., Зеленева Т.О. Влияние ветра на температуру и увлажнение образцов материалов при климатических испытаниях // *Труды ВИАМ*. 2025. № 2 (144). С. 112–120. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-112-120.
18. Лаптев А.Б., Павлов М.Р., Новиков А.А., Славин А.В. Современные тенденции развития испытаний материалов на стойкость к климатическим факторам (обзор). Часть 1. Испытания новых материалов // *Труды ВИАМ*. 2021. № 1 (95). С. 114–122. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
19. Orr D.W. *Earth in Mind: On Education, Environment, and the Human Prospect*. Washington: Island Press, 2004. 224 p.
20. 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: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
21. Kablov E.N., Startsev V.O. The Influence of Internal Stresses on the Aging of Polymer Composite Materials: a Review // *Mechanics of Composite Materials*. 2021. Vol. 57. No. 5. P. 565–576. DOI: 10.1007/s11029-021-09979-6.
22. 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: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
23. Katsanevakis S. Marine debris, a growing problem: Sources, Distribution, Composition, and Impacts // *Marine Pollution: New Research* / ed. T.N. Hofer. Hauppauge, New York: Nova Science Publishers, Inc., 2008. P. 53–100.
24. Nerland I.L., Halsband C., Allan I. et al. Microplastics in marine environments: occurrence, distribution and effects. Kristiansand: Norwegian Institute for Water Research, 2014. 72 p.
25. Wagner F., Rossi V., Aubry-Kientz M. et al. Pan-Tropical Analysis of Climate Effects on Seasonal Tree Growth // *PLOS ONE*. 2014. Vol. 9. P. e92337. DOI: 10.1371/journal.pone.0092337.

26. Bergmann M., Gutow L., Klages M. Modeling the Role of Microplastics in Bioaccumulation of Organic Chemicals to Marine Aquatic Organisms. A Critical Review // *Marine Anthropogenic Litter* / ed. A. Koelmans. Springer, 2015. P. 199–226. DOI: 10.1007/978-3-319-16510-3_11.
27. Teuten E.L., Saquing J.M., Knappe D.R. et al. Transport and release of chemicals from plastics to the environment and the wildlife // *Philosophical Transactions of the Royal Society B*. 2009. Vol. 364. P. 2027–2045.
28. Gray J.S., Waldichuk M., Newton A.J. et al. Pollution-induced changes in populations // *Philosophical Transactions of the Royal Society B*. 1979. Vol. 286. P. 545–561.
29. Goldberg E.D. Emerging problems in the coastal zone for the twenty-first century // *Marine Pollution Bulletin*. 1995. Vol. 31. P. 152–158.
30. Islam M.S., Tanaka M. Impacts of pollution on coastal and marine ecosystems including coastal and marine fisheries and approach for management: a review and synthesis // *Marine Pollution Bulletin*. 2004. Vol. 48. P. 624–649.
31. Pauly D., Watson R., Alder J. Global trends in world fisheries: impacts on marine ecosystems and food security // *Philosophical Transactions of the Royal Society B*. 2005. Vol. 360. P. 5–12.
32. Wang Z., DeWitt J., Higgins C. et al. A Never-ending story of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs)? // *Environmental Science & Technology*. 2017. Vol. 51. No. 5. P. 2508–2518.
33. Halpern B.S., Walbridge S., Selkoe K.A. et al. A global map of human impact on marine ecosystems // *Science*. 2008. Vol. 319. No. 5865. P. 948–952.
34. Ramirez-Lodra E., Mol B.D., Company J.B. et al. Effects of natural and anthropogenic processes in the distribution of marine litter in the deep Mediterranean Sea // *Progress in Oceanography*. 2013. Vol. 118. P. 273–287.
35. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms // *Environmental Science & Technology*. 2010. Vol. 44. No. 24. P. 9571–9577.
36. Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Кривушина А.А., Павлов М.Р., Николаев Е.В. Влияние перехода температуры воздуха через нулевое значение на поверхностную целостность полимерного материала. Часть 1. Увлажнение // *Труды ВИАМ*. 2025. № 11 (153). С. 147–156. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.
37. Teuten E.L., Rowland S.J., Galloway T.S. et al. Potential for plastics to transport hydrophobic contaminants // *Environmental Science & Technology*. 2007. Vol. 41. No. 22. P. 7759–7764.
38. Chua E.M., Shimeta J., Nuggeoda D. et al. Assimilation of Polybrominated Diphenyl Ethers from Microplastics by the Marine Amphipod, *Allorchestes Compressa* // *Environmental Science & Technology*. 2014. Vol. 48. P. 8127–8134.
39. Gouin T., Roche N., Lohmann R. et al. A Thermodynamic Approach for Assessing the Environmental Exposure of Chemicals Absorbed to Microplastic // *Environmental Science & Technology*. 2011. Vol. 45. P. 1466–1472.
40. Koelmans A.A., Besseling E., Wegner A. et al. Plastic as a carrier of POPs to aquatic organisms. A model analysis // *Environmental Science & Technology*. 2013. Vol. 47. P. 7812–7820.
41. Tomei M.C., Mosca Angelucci D., Ademollo N. et al. Rapid and effective decontamination of chlorophenol-contaminated soil by sorption into commercial polymers: Concept demonstration and process modelling // *Journal of Environmental Management*. 2015. Vol. 150. P. 81–91.
42. Van Sebille E., England M.H., Froyland G. Origin, dynamics and evolution of ocean garbage patches from observed surface drifters // *Environmental Research Letters*. 2012. Vol. 7. P. 044040. DOI: 10.1088/1748-9326/7/4/044040.
43. Van der Oost R., Beyer J., Vermeulen N.P.E. Fish bioaccumulation and biomarkers in environmental risk assessment: a review // *Environmental Toxicology and Pharmacology*. 2003. Vol. 13. P. 57–149.
44. Selck H., Drouillard K., Eisenreich K. et al. Explaining differences between bioaccumulation measurements in laboratory and field data using a probabilistic modeling approach // *Integrated Environmental Assessment and Management*. 2012. Vol. 8. P. 42–63.
45. Kotterman M., Chalberg T., Schaffer D. Viral Vectors for Gene Therapy: Translational and Clinical Outlook // *Annual Review of Biomedical Engineering*. 2015. Vol. 17. P. 63–89. DOI: 10.1146/annurev-bioeng-071813-104938.

46. Richter E., Lay J.P., Klein W. et al. Enhanced elimination of hexachlorobenzene in rats by light liquid paraffin // *Chemosphere*. 1977. Vol. 6. P. 357–369.
47. Moser G.A., McLachlan M.S. A non-absorbable dietary fat substitute enhances elimination of persistent lipophilic contaminants in humans // *Chemosphere*. 1999. Vol. 39. P. 1513–1521.
48. UNEP Annual Report 2023 // UNEP. URL: https://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/44777/UNEP_Annual_Report_2023.pdf?sequence=19 (дата обращения: 27.11.2025).
49. Jambeck J.R., Geyer R., Wilcox C. et al. Plastic waste inputs from land into the ocean // *Science*. 2015. Vol. 347. P. 768–771.
50. Startsev V.O., Lebedev M.P., Khrulev K.A. et al. Effect of outdoor exposure on the moisture diffusion and mechanical properties of epoxy polymers // *Polymer Testing*. 2018. Vol. 65. P. 281–296. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2017.12.007.

References

1. *Marine debris pollution in the Pacific. Literature review*. Available at: https://www.sprep.org/attachments/2014SM25/Noumea/12NC_WP.7.7_Annex_1_Literature_review_-_Marine_Debris_Pacific_-_Final.pdf (accessed: November 27, 2025).
2. Heyerdahl T. Atlantic Ocean pollution and biota observed by the Ra expeditions. *Biological Conservation*, 1971, vol. 3, no. 2, pp. 164–167.
3. Carpenter E.J., Anderson S.J., Harvey G.R. et al. Polystyrene spherules in coastal waters. *Science*, 1972, vol. 173, pp. 749–750.
4. Venrick E.L., Backman T.W., Bartram W.C. et al. Man-made objects on the surface of the Central North Pacific Ocean. *Nature*, 1973, vol. 241, p. 271.
5. Colton Jr. J.B., Knapp F.D., Burns B.R. Plastic particles in surface waters of the Northwestern Atlantic. *Science*, 1974, vol. 185, pp. 491–497.
6. Holmstrom A. Plastic films on the bottom of the Skagerack. *Nature*, 1975, vol. 255, pp. 622–623.
7. Feder H.M., Jewett S.C., Hilsinger J.R. Man-made debris on the Bering Sea floor. *Marine Pollution Bulletin*, 1978, vol. 9, no. 2, pp. 52–53.
8. Scott G. Plastic packaging and coastal pollution. *International Journal of Environmental Studies*, 1972, vol. 3, pp. 35–36.
9. Gregory M.R. Plastic pellets on New Zealand beaches. *Marine Pollution Bulletin*, 1977, vol. 8, no. 4, p. 82.
10. *Marine Debris: sources, impacts, and solutions*. Eds. J.E. Coe, D.B. Rogers. New York: Springer, 1997, 432 p.
11. *Marine Litter: A Global Challenge*. Nairobi: UNEP, 2009, 232 p.
12. Rüdel H., Müller J., Quack M. et al. Monitoring of hexabromocyclododecane diastereomers in fish from European freshwaters and estuaries. *Environmental Science and Pollution Research*, 2012, vol. 19, pp. 772–783.
13. Matishov G.G., Laptev A.B., Akhiyarov R.Zh. et al. Method of accounting for the accelerated destruction of coupon edges when determining the effectiveness of corrosion inhibitors. *Corrosion Reviews*, 2025, vol. 44 (1), pp. 20240143. DOI: 10.1515/correv-2024-0143.
14. Derrike J.G.B. Marine pollution by plastic debris: an overview. *Marine Pollution Bulletin*, 2002, vol. 44, pp. 842–852. DOI: 10.1016/S0025-326X(02)00220-5.
15. Gregory M.R., Andrady A.L. Plastics in the marine environment. *Plastics and the environment*. Ed. A.L. Andrady. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2003, pp. 379–397.
16. Sheavly S., Register K.M. Marine debris & plastics: environmental concerns, sources, impacts and solutions. *Journal of Polymers and the Environment*, 2007, vol. 15, pp. 301–305.
17. Laptev A.B., Sadkov V.R., Nikolaev E.V., Zeleneva T.O. Effect of wind on temperature and moisture content of material samples during climatic tests. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 112–120. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-112-120.
18. Laptev A.B., Pavlov M.R., Novikov A.A., Slavin A.V. Current trends in the development of testing materials for resistance to climate factors (review). Part 1. Testing of new materials. *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), pp. 114–122. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.

19. Orr D.W. *Earth in Mind: On Education, Environment, and the Human Prospect*. Washington: Island Press, 2004, 224 p.
20. 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: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
21. Kablov E.N., Startsev V.O. The Influence of Internal Stresses on the Aging of Polymer Composite Materials: a Review. *Mechanics of Composite Materials*, 2021, vol. 57, no. 5, pp. 565–576. DOI: 10.1007/s11029-021-09979-6.
22. 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: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
23. Katsanevakis S. Marine debris, a growing problem: Sources, Distribution, Composition, and Impacts. *Marine Pollution: New Research*. Ed. T.N. Hofer. Hauppauge, New York: Nova Science Publishers, Inc., 2008, pp. 53–100.
24. Nerland I.L., Halsband C., Allan I. et al. *Microplastics in marine environments: occurrence, distribution and effects*. Kristiansand: Norwegian Institute for Water Research, 2014, 72 p.
25. Wagner F., Rossi V., Aubry-Kientz M. et al. Pan-Tropical Analysis of Climate Effects on Seasonal Tree Growth. *PLOS ONE*, 2014, vol. 9, p. e92337. DOI: 10.1371/journal.pone.0092337.
26. Bergmann M., Gutow L., Klages M. Modeling the Role of Microplastics in Bioaccumulation of Organic Chemicals to Marine Aquatic Organisms. A Critical Review. *Marine Anthropogenic Litter*. Ed. A. Koelmans. Springer, 2015, pp. 199–226. DOI: 10.1007/978-3-319-16510-3_11.
27. Teuten E.L., Saquing J.M., Knappe D.R. et al. Transport and release of chemicals from plastics to the environment and the wildlife. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 2009, vol. 364, pp. 2027–2045.
28. Gray J.S., Waldichuk M., Newton A.J. et al. Pollution-induced changes in populations. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 1979, vol. 286, pp. 545–561.
29. Goldberg E.D. Emerging problems in the coastal zone for the twenty-first century. *Marine Pollution Bulletin*, 1995, vol. 31, pp. 152–158.
30. Islam M.S., Tanaka M. Impacts of pollution on coastal and marine ecosystems including coastal and marine fisheries and approach for management: a review and synthesis. *Marine Pollution Bulletin*, 2004, vol. 48, pp. 624–649.
31. Pauly D., Watson R., Alder J. Global trends in world fisheries: impacts on marine ecosystems and food security. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 2005, vol. 360, pp. 5–12.
32. Wang Z., DeWitt J., Higgins C. et al. A Never-ending story of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs)? *Environmental Science & Technology*, 2017, vol. 51, no. 5, pp. 2508–2518.
33. Halpern B.S., Walbridge S., Selkoe K.A. et al. A global map of human impact on marine ecosystems. *Science*, 2008, vol. 319, no. 5865, pp. 948–952.
34. Ramirez-Lodra E., Mol B.D., Company J.B. et al. Effects of natural and anthropogenic processes in the distribution of marine litter in the deep Mediterranean Sea. *Progress in Oceanography*, 2013, vol. 118, pp. 273–287.
35. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms. *Environmental Science & Technology*, 2010, vol. 44, no. 24, pp. 9571–9577.
36. Laptev A.B., Matishov G.G., Krivushina A.A., Pavlov M.R., Nikolaev E.V. The effect of the transition of air temperature through zero on the surface integrity of a polymer material. Part 1. Moistening. *Trudy VIAM*, 2025, no. 11 (153), pp. 147–156. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.
37. Teuten E.L., Rowland S.J., Galloway T.S. et al. Potential for plastics to transport hydrophobic contaminants. *Environmental Science & Technology*, 2007, vol. 41, no. 22, pp. 7759–7764.
38. Chua E.M., Shimeta J., Nugegoda D. et al. Assimilation of Polybrominated Diphenyl Ethers from Microplastics by the Marine Amphipod, *Allorchestes Compressa*. *Environmental Science & Technology*, 2014, vol. 48, pp. 8127–8134.

39. Gouin T., Roche N., Lohmann R. et al. A Thermodynamic Approach for Assessing the Environmental Exposure of Chemicals Absorbed to Microplastic. *Environmental Science & Technology*, 2011, vol. 45, pp. 1466–1472.
40. Koelmans A.A., Besseling E., Wegner A. et al. Plastic as a carrier of POPs to aquatic organisms. A model analysis. *Environmental Science & Technology*, 2013, vol. 47, pp. 7812–7820.
41. Tomei M.C., Mosca Angelucci D., Ademollo N. et al. Rapid and effective decontamination of chlorophenol-contaminated soil by sorption into commercial polymers: Concept demonstration and process modelling. *Journal of Environmental Management*, 2015, vol. 150, pp. 81–91.
42. Van Sebille E., England M.H., Froyland G. Origin, dynamics and evolution of ocean garbage patches from observed surface drifters. *Environmental Research Letters*, 2012, vol. 7, p. 044040. DOI: 10.1088/1748-9326/7/4/044040.
43. Van der Oost R., Beyer J., Vermeulen N.P.E. Fish bioaccumulation and biomarkers in environmental risk assessment: a review. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 2003, vol. 13, pp. 57–149.
44. Selck H., Drouillard K., Eisenreich K. et al. Explaining differences between bioaccumulation measurements in laboratory and field data using a probabilistic modeling approach. *Integrated Environmental Assessment and Management*, 2012, vol. 8, pp. 42–63.
45. Kotterman M., Chalberg T., Schaffer D. Viral Vectors for Gene Therapy: Translational and Clinical Outlook. *Annual Review of Biomedical Engineering*, 2015, vol. 17, pp. 63–89. DOI: 10.1146/annurev-bioeng-071813-104938.
46. Richter E., Lay J.P., Klein W. et al. Enhanced elimination of hexachlorobenzene in rats by light liquid paraffin. *Chemosphere*, 1977, vol. 6, pp. 357–369.
47. Moser G.A., McLachlan M.S. A non-absorbable dietary fat substitute enhances elimination of persistent lipophilic contaminants in humans. *Chemosphere*, 1999, vol. 39, pp. 1513–1521.
48. *UNEP Annual Report 2023*. Available at: https://wedocs.unep.org/bitstream/handle/20.500.11822/44777/UNEP_Annual_Report_2023.pdf?sequence=19 (accessed: November 27, 2025).
49. Jambeck J.R., Geyer R., Wilcox C. et al. Plastic waste inputs from land into the ocean. *Science*, 2015, vol. 347, pp. 768–771.
50. Startsev V.O., Lebedev M.P., Khrulev K.A. et al. Effect of outdoor exposure on the moisture diffusion and mechanical properties of epoxy polymers. *Polymer Testing*, 2018, vol. 65, pp. 281–296. DOI: 10.1016/j.polymertesting.2017.12.007.

Информация об авторах

Лаптев Анатолий Борисович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Матишов Геннадий Григорьевич, научный руководитель, академик РАН, ЮНЦ РАН, ssc-ras@ssc-ras.ru

Булышева Наталья Ивановна, заведующая лабораторией, к.б.н., ЮНЦ РАН, ssc-ras@ssc-ras.ru

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

Anatoly B. Laptev, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Gennady G. Matishov, Scientific Adviser, Academician of the RAS, SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

Natalia I. Bulysheva, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Bio.), SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

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 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 26.12.2025.
The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 26.12.2025.

Научная статья

УДК 669.018.44:669.295

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-145-158

КИНЕТИКА АНОМАЛЬНОГО РАЗРУШЕНИЯ ОБРАЗЦА ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА

А.В. Гриневич¹, И.Г. Сибяев¹, С.А. Наприенко¹,
О.С. Кашапов¹, В.С. Калашников¹

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

Аннотация. При оценке механических характеристик штамповки из титанового сплава марки ВТ46 системы Ti–Al–Sn–Zr– β -стабилизаторы обнаружено аномальное разрушение образца при стандартном испытании на растяжение. Аномальность разрушения заключается в том, что оно произошло по хрупкому механизму в области образующейся шейки при общей пластической деформации. Оценка коэффициента интенсивности напряжений в очаге хрупкого разрушения установила недостаточность величины трещиноподобного дефекта для хрупкого механизма развития трещины под действием накопленной энергии в системе нагружения. Выдвинуто предположение о формировании в процессе пластической деформации увеличенной хрупкой области (статическое подращивание трещиноподобного дефекта), которая приводит к разрушению по макрохрупкому механизму отрыва.

Ключевые слова: прочность, пластичность, хрупкое разрушение, коэффициент интенсивности напряжений, титановый сплав, аномальное разрушение

Для цитирования: Гриневич А.В., Сибяев И.Г., Наприенко С.А., Кашапов О.С., Калашников В.С. Кинетика аномального разрушения образца из титанового сплава // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 145–158. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-145-158.

Scientific article

KINETICS OF ANOMALOUS FRACTURE OF A TITANIUM ALLOY SAMPLE

A.V. Grinevich¹, I.G. Sibayev¹, S.A. Naprienko¹,
O.S. Kashapov¹, V.S. Kalashnikov¹

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

Abstract. When evaluating the mechanical characteristics of stamping titanium alloy VT46 of the Ti–Al–Sn–Zr– β -stabilizers system, researchers encountered anomalous fracture of a titanium sample during a standard tensile test. The anomaly of the destruction is that it occurred by a brittle mechanism in the area of the forming neck during general plastic deformation. An assessment of the stress intensity factor at the site of brittle fracture revealed that crack-like defect size is insufficient for the brittle mechanism of crack development under the action of accumulated energy in the loading system. The authors of the study put forward the hypothesis about the formation of an enlarged brittle region (static growth of a crack-like defect) during plastic deformation, which leads to fracture by a macrobrittle tearing mechanism.

Keywords: strength, ductility, brittle fracture, stress intensity factor, titanium alloy, anomalous fracture

For citation: Grinevich A.V., Sibaev I.G., Naprienko S.A., Kashapov O.S., Kalashnikov V.S. Kinetics of anomalous fracture of a titanium alloy sample. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 145–158. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-145-158.

Введение

Разрушение – ключевая проблема обеспечения прочности конструкционных материалов [1, 2]. В механике твердого тела разрушение детали от статической нагрузки рассматривалось как одномоментный акт, при котором напряженно-деформированное состояние в некоторой точке материала достигает предельных значений, определенных теориями прочности. Это положение лежит в основе испытаний стандартных образцов из высокопрочных материалов, которые представляют собой основу конструкции воздушного судна. Поэтому исследователи механических характеристик, изучая процесс деформации материала при разрушении, даже не рассматривали кинетику разрушения, и оно носило вневременной характер.

В начале 1960-х гг. американские исследователи сформировали прагматичный подход к проблеме разрушения, позволяющий прогнозировать долговечность конструкции при наличии трещин. В 1967 г. профессор Я.Б. Фридман в докладе «Кинетика разрушения» озвучил новое представление о процессе разрушения. Он постулировал, что изначальный дефект, например усталостная трещина, под действием нагрузки и внешних факторов развивается до критических размеров, а затем происходит самопроизвольное развитие трещины под действием накопленной в системе упругой энергии. В последующем кинетический подход к процессу разрушения сформировался в отдельную область механики твердого тела – механику разрушения. Выполнено большое количество научно-исследовательских работ, демонстрирующих на широких пластинах из конструкционных материалов процессы развития изначального дефекта и последующего разделения твердого тела. Кинетика разрушения при переменных нагрузках являлась очевидным и неоспоримым фактором.

При определении механических характеристик на малых образцах при квазистатическом растяжении не зафиксировано разграничение процессов формирования дефекта и последующего разделения образца под действием упругой энергии, накопленной в системе нагружения. Авторам статьи не известны описания случаев образования и фиксации изначальной статической трещины на образцах из высокопрочных материалов, тем более на образцах малого диаметра (~5 мм), как это имело место в данном исследовании.

Неожиданное подтверждение тезис Я.Б. Фридмана о кинетике разрушения получил при оценке механических свойств штамповки из нового титанового сплава марки ВТ46 системы Ti–Al–Sn–Zr–β-стабилизаторы [3, 4]. Исследователи столкнулись с аномальным характером разрушения образца из титанового сплава при стандартных испытаниях на растяжение. Следует отметить, что за рубежом тщательно изучается модельный α-сплав состава Ti–7Al для оценки основных закономерностей легирования, микромеханики и структуры [5–15] легированной α-фазы с гранецентрированной плотноупакованной элементарной ячейкой.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2. «Фундаментально-ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

Штамповка из титанового сплава ВТ46 изготовлена из исходного кованого прутка промышленной поставки Ø155 мм методом термомеханической обработки

(совмещение первой ступени отжига с операцией нагрева под калибровку) на прессе в изотермических условиях. Изготовление конечной штамповки осуществляли по следующей схеме: всесторонняя ковка слитка при температурах β -области, охлаждение; наклеп при температурах $(\alpha + \beta)$ -области, охлаждение; вытяжка при температурах β -области, охлаждение; вытяжка при температурах $(\alpha + \beta)$ -области за несколько выносов, охлаждение; механическая обработка прутка на $\varnothing 155$ мм, отрезка мерной заготовки ($\varnothing 155 \times 150$ мм). Далее проводили осадку в торец при температурах $(\alpha + \beta)$ -области в изотермических условиях с одним выносом и подогревом промежуточной заготовки. После окончательной штамповки с высотой «шайбы» ~ 22 мм осуществляли калибровку на прессе на толщину 21 мм при температуре предыдущего нагрева и с минимальным временем выдержки. Калиброванную штамповку охлаждали на воздухе. Термическую обработку проводили по режиму старения. Согласно классификации, принятой в отраслевой документации, по площади проекции штамповка относится к крупногабаритным изделиям.

Образцы для испытаний на растяжение и ударную вязкость вырезали в радиальном направлении штамповки. Испытания на растяжение проводили на стандартных образцах по ГОСТ 1497–2023 при температуре 20 °С, испытания на ударную вязкость с определением KCU – по ГОСТ 9454–78.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ [16–19].

Результаты

Результаты испытаний представлены в таблице.

Оценка механических свойств штамповки

Полуфабрикат	$\sigma_{0,2}^{20^\circ}$, МПа	$\sigma_B^{20^\circ}$, МПа	δ , %	ψ , %	KCU, Дж/см ²
Штамповка (термомеханическая обработка)	<u>1055–1070</u> 1061	<u>1130–1145</u> 1132	<u>12,5–15,0</u> 13,3	<u>29,5–34,0</u> 31,5	<u>32–38</u> 34,7
Исходный пруток (двойной отжиг)	–	1135 (1130)	13,2 (12,5)	25,8 (24,5)	36 (32)

Примечание. В числителе указан диапазон значений, в знаменателе – среднее значение.

Многочисленные испытания образцов из поковок из сплава ВТ46 и образцов из штамповки при растяжении фиксировали типичное разрушение с образованием шейки в рабочей зоне. Однако характер разрушения исследованного образца существенно отличался от других испытанных образцов.

Фрактографический анализ образца показал нетипичное макростроение излома [20]. С одной стороны излома произошло утонение бокового скоса, отмечено его полное отсутствие вблизи поверхности образца на ширине ~ 100 мкм (рис. 1, а, б). Вся поверхность излома представлена пластичным мелкоячеистым рельефом и отдельными фасетками скола по зернам первичной α -фазы (рис. 1, в). В месте отсутствия боковых скосов наблюдается скопление глобул первичной α -фазы, разрушение по которым прошло хрупко (рис. 1, г). При этом максимальный размер отдельных фасеток составляет 30 мкм. Вдали от данного места их размер не превышает 20 мкм (рис. 1, в).

На аномальность разрушения образца указывает тот факт, что оно произошло не в плоскости минимального диаметра шейки, как это имело место во всей выборке, а на расстоянии 4 мм от нее.

На рис. 2 представлен общий вид типичного разрушения образца из титанового сплава ВТ46 и образца с аномальным характером разрушения.

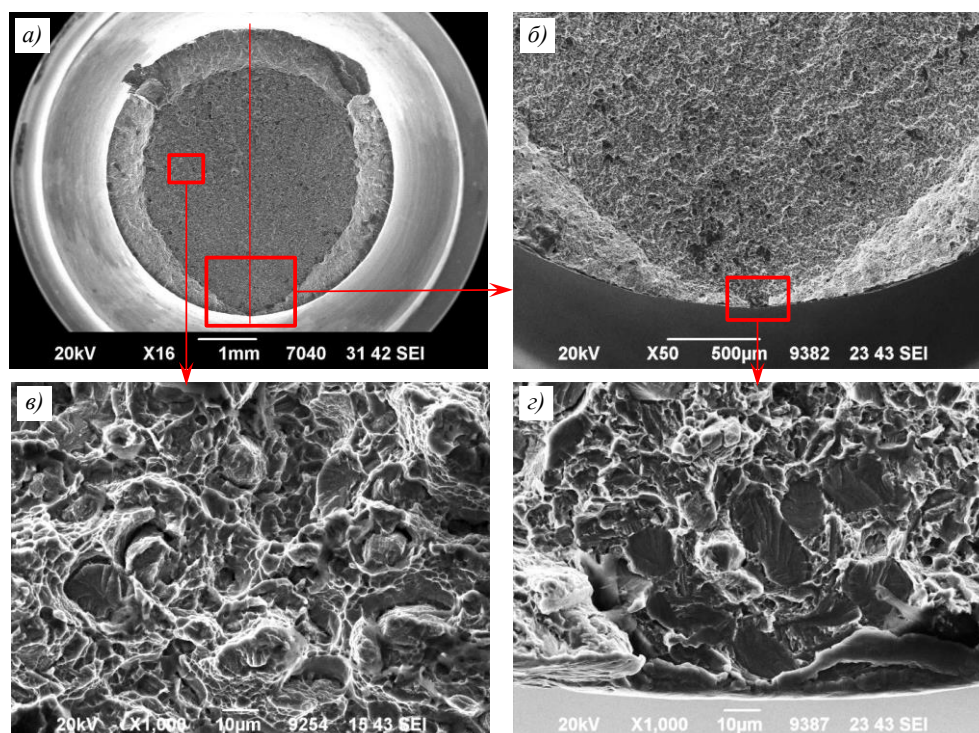


Рис. 1. Строение излома аномального образца: *a* – общий вид (линией показана плоскость микрошлифа); *б* – вблизи аномальной зоны; *в* – центральная часть; *г* – аномальная зона вблизи поверхности

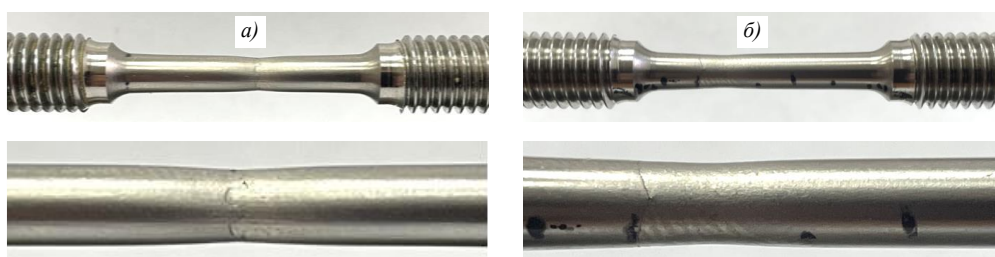


Рис. 2. Внешний вид типичного (*a*) и аномального (*б*) разрушения образцов

Анализ диаграмм деформирования аномального образца и образцов с типичным разрушением (рис. 3) установил практически их тождественность на начальном участке деформирования. Оценка прочностных показателей (σ_b , $\sigma_{0,2}$) образцов установила их близость и идентичный характер деформирования. Различие между диаграммами деформирования образцов проявляется в величине относительного удлинения, которое для аномального образца на $\sim 1/4$ меньше.

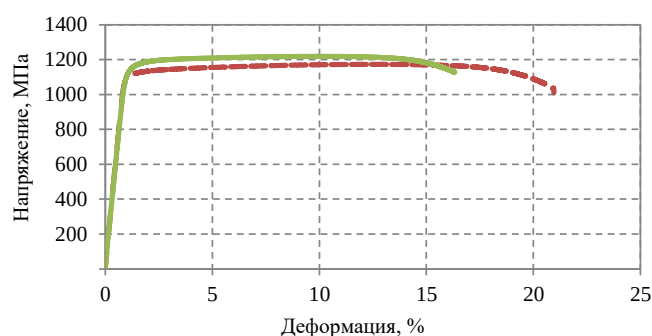


Рис. 3. Диаграмма деформации аномального (—) и типичного (---) образцов

Исследование поверхностей излома выявило различие в характере разрушения. Плоскость разрушения типичных образцов характеризуется классическим отрывом в центральной зоне с окаймляющей кромкой среза. Для аномального образца зона скоса прерывается и превращается в зону отрыва, характерную для макрочрупкого разрушения. Расходящиеся из зоны отрыва рельефные лучи однозначно указывают на зону отрыва как источник развития трещины. Явных показателей хрупкого разрушения не обнаружено.

На рис. 4 представлены изображения внешнего вида поверхностей разрушения образцов, полученные на измерительном конфокальном лазерном сканирующем микроскопе, и профили поверхностей разрушения во взаимоперпендикулярных плоскостях. Плоскость сечения А в аномальном образце проходит через ось образца и очаг предполагаемого трещиноподобного дефекта. Плоскость сечения Б проходит через ось образца и перпендикулярна оси А.

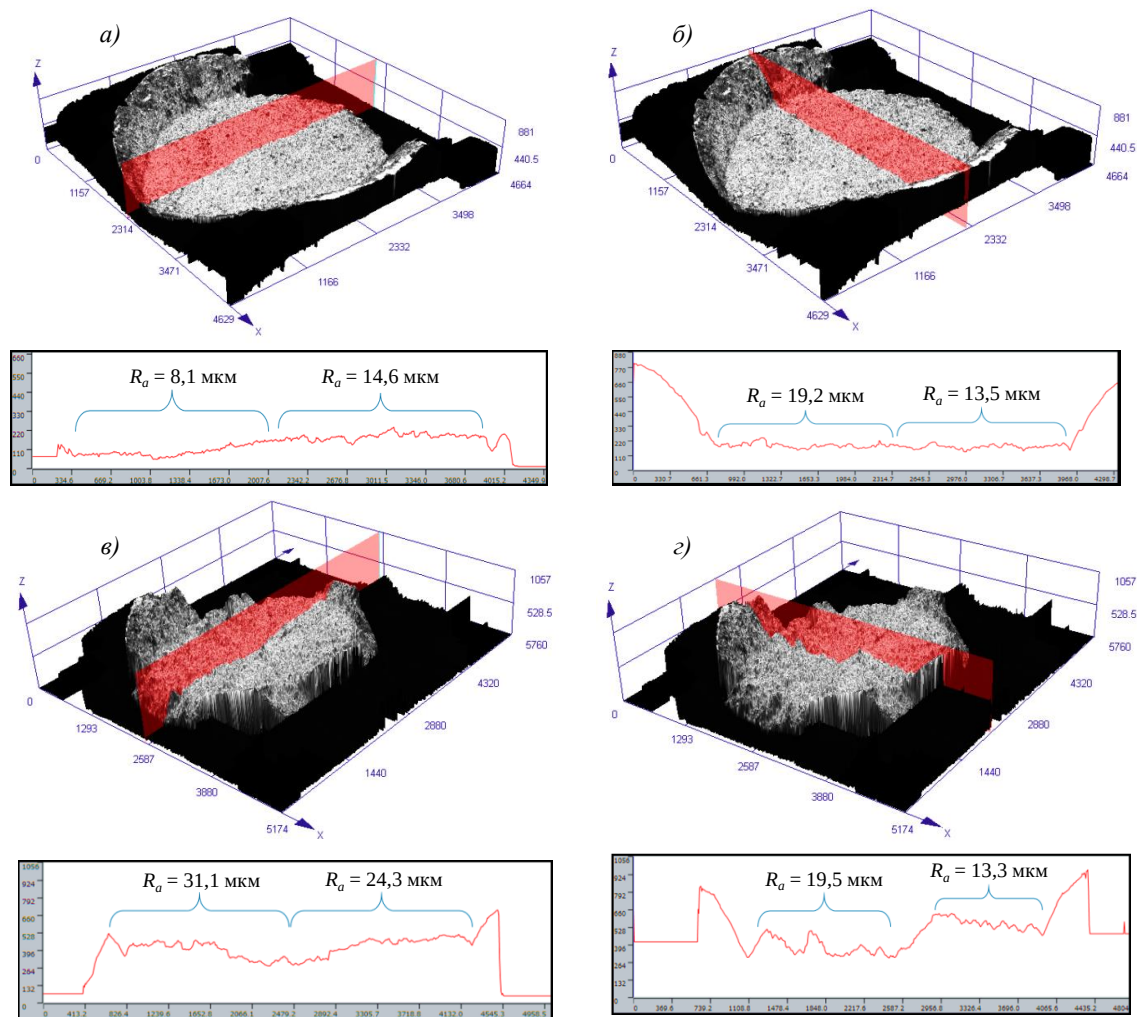


Рис. 4. Общий вид и шероховатость поверхности разрушения аномального (а, б) и типичного (в, г) образца в сечении А (а, в) и Б (б, г)

Рельеф излома в некоторой степени определяет характер образования и развитие трещины. Шероховатость изломов определяли на измерительном конфокальном лазерном сканирующем микроскопе. В аномальном образце в плоскости А, проходящей через ось образца и трещиноподобный дефект, отмечается сглаживание рельефа на начальном участке его разрушения, что указывает на относительно малые энергетические

затраты на развитие дефекта. Шероховатость в сечении А на участке (рис. 4, а) от очага дефекта до конца сглаженного участка составляет $R_a = 8,08$ мкм и $R_z = 58,6$ мкм. Шероховатость оставшегося участка образца характеризуется величинами $R_a = 14,6$ мкм и $R_z = 88,4$ мкм. В сечении Б, перпендикулярном плоскости А и проходящем через ось образца, шероховатость с левой стороны сечения образца составляет $R_a = 19,2$ мкм и $R_z = 110$ мкм, с правой стороны – $R_a = 13,5$ мкм и $R_z = 100,6$ мкм. Шероховатость в сечении Б, волнообразно изменяясь, выявляет «лучи» развития дефекта. Для типичного образца во взаимоперпендикулярных плоскостях получены следующие показатели шероховатости по четырем отрезкам: в сечении А в начале участка $R_a = 31,1$ мкм и $R_z = 150,6$ мкм, в конце – $R_a = 24,3$ мкм и $R_z = 144,5$ мкм; в сечении Б с левой стороны $R_a = 19,5$ мкм и $R_z = 103,7$ мкм, с правой стороны – $R_a = 13,3$ мкм и $R_z = 116,7$ мкм. Со- поставление шероховатостей образцов по всем направлениям указывает на наличие сглаженного участка длиной ~ 2 мм в аномальном образце в сечении А, а также на близкие показатели для типичного и аномального образцов в зоне долома.

Обсуждение результатов

Аномальность разрушения образца из титанового сплава ВТ46 заключается в его хрупком разрушении в условиях пластической деформации. Эти два вида разрушения являются антиподами. Разрушение произошло в зоне шейки, что свидетельствует о значительной локальной пластической деформации в зоне разрушения. Поскольку разрушение произошло не в плоскости минимального сечения образующейся шейки и, следовательно, максимальных растягивающих напряжений, то этот факт указывает на наличие трещиноподобного дефекта, который обусловил хрупкий механизм разрушения. Доказательство разрушения по хрупкому механизму опирается на факт разрушения по сечению, расположенному в зоне образования шейки, но не в сечении минимального утонения. На рис. 5 представлена диаграмма истинных напряжений в образце в момент разрыва. Рассматриваются не условные напряжения σ , а истинные S , определяемые как усилие, отнесенное к текущему сечению образца. Плоскости замера напряжений в рабочей части образца располагаются равномерно на расстоянии 3 мм друг от друга. Диаграмма показывает, что в зоне образования шейки растягивающие напряжения существенно превышают напряжения в плоскости разрушения. Уровень максимальных напряжений S в зоне максимального утонения достигает 1733 МПа, а в позиции 6 (плоскость разрушения) составляет 1618 МПа.

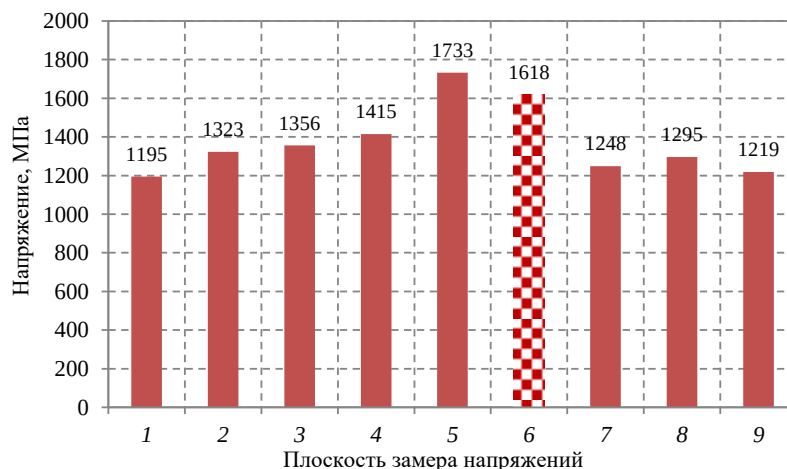


Рис. 5. Распределение истинных напряжений в сечениях 1–9 образца при разрыве. Позиция 6 – плоскость разрушения

Разрушение в сечении с меньшими растягивающими напряжениями возможно при наличии дефектов типа трещины или хрупких объемных включений. Анализ очага разрушения на сканирующем микроскопе не выявил существенного различия в морфологии точечного дефекта и основного массива, поэтому исходная точка на образующей образца может рассматриваться как начало трещиноподобного дефекта.

Фрактография излома не позволяет оценить размеры предполагаемого трещиноподобного дефекта, поскольку четкие очертания границ отсутствуют, что типично для фронта усталостных трещин [21, 22].

Проведена оценка критического размера трещиноподобного дефекта, который приводит к лавинообразному его развитию и разделению образца под действием упругой энергии, накопленной в системе нагружения.

Для определения величины трещиноподобного дефекта на аномальном образце использованы результаты испытания на растяжение образцов из модельного α -сплава с перелегированной первичной α -фазой. Химический состав модельного α -сплава сопоставим с составом α -фазы сплава ВТ46.

На рис. 6 представлен общий вид излома образца с зоной охрупчивания, которая расположена на контуре образца. По-видимому, изначально имели место небольшие очаги хрупкого разрушения, которые, объединившись, сформировали трещиноподобный дефект, границы которого представлены на рис. 6, а.

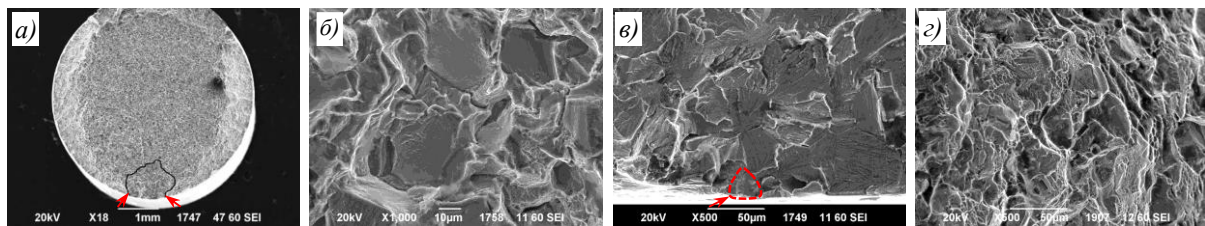


Рис. 6. Микростроение излома образца модельного α -сплава системы Ti–Al–Sn–Zr– β -стабилизаторы: а – общий вид разрушения; б, в – очаг разрушения при увеличении $\times 1000$ и $\times 500$ соответственно; г – долот ($\times 500$)

Использовано решение, полученное Г.П. Черепановым для полукруглой поверхностной трещины в пластине при растяжении. Схематичное изображение пластины с поверхностной трещиной представлено на рис. 7.

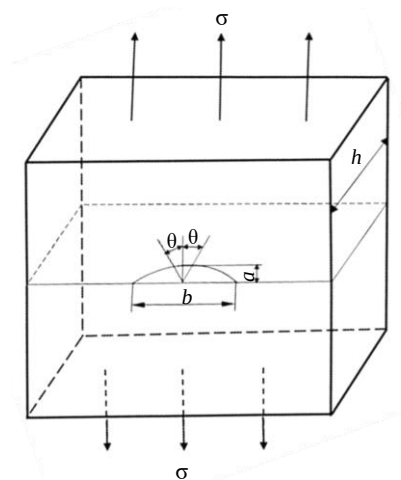


Рис. 7. Схема поверхностной трещины в пластине: σ – напряжение в образце; θ – угол отсчета; h – толщина образца; a , b – глубина и длина поверхностной трещины соответственно

Коэффициент интенсивности напряжений для поверхностной полукруглой трещины ($b = 2a$) в пластине в условиях однородного растяжения определяется по формуле [2]

$$K_1 = 2\sigma\sqrt{\frac{a}{\pi}}\left(1 + 0,2\left(\frac{2\theta}{\pi}\right)^2\right),$$

$$(0 < a/h < 0,2),$$

где σ – напряжение в образце; θ – угол отсчета; h – толщина образца; a , b – глубина и длина поверхностной трещины соответственно.

Определен коэффициент интенсивности напряжений для модельного образца с искусственно созданной охрупченной зоной. При длине дефекта $a = 0,94$ мм коэффициент интенсивности напряжений в вершине трещины модельного образца равен $K_1 = 39 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ ($125 \text{ кгс}/\sqrt{\text{мм}^3}$). Поскольку значения коэффициента интенсивности напряжений, определенные по ГОСТ 25.506–85, находятся в диапазоне $K_{1c} = 49\text{--}53 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ ($160\text{--}170 \text{ кгс}/\sqrt{\text{мм}^3}$) и превосходят текущее значение коэффициента интенсивности напряжений в вершине поверхностной трещины модельного образца, развитие трещины в модельном образце по хрупкому сценарию невозможно.

Рассмотрена обратная задача и определена длина поверхностной трещины, приводящая к ее самопроизвольному развитию. Для коэффициента интенсивности напряжений $K_1 = 49 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ ($160 \text{ кгс}/\sqrt{\text{мм}^3}$) длина трещины самопроизвольного развития составляет $a \approx 1,25$ мм, а для вязкости разрушения $K_1 = 53 \text{ МПа}\sqrt{\text{м}}$ ($170 \text{ кгс}/\sqrt{\text{мм}^3}$) критическая длина трещины, приводящая к хрупкому разрушению, оценивается величиной $a = 1,75$ мм. Таким образом, величина критической длины трещины, приводящей к ее развитию за счет энергии, накопленной в системе нагружения, превышает 1 мм. Это обстоятельство требует более детального анализа микроструктуры рассмотренного образца.

Типичная микроструктура сплава ВТ46 (глобулярно-пластинчатая) представлена на рис. 8. Структура представляет собой сочетание частиц глобулярной α -фазы и вторичной α -фазы различных размеров. Размер крупных частиц α -фазы составляет $\sim(12\text{--}17)$ мкм, мелких: $\sim(3\text{--}6)$ мкм.

В микроструктуре исследованной штамповки отмечены крупные частицы (>20 мкм) и их ансамбли, образующие непрерывные цепи (рис. 6). Крупные частицы первичной α -фазы, по-видимому, образованы при изготовлении прутка $\varnothing 155$ мм в промышленных условиях. Можно предположить, что снижение температуры нагрева при калибровке способствовало укрупнению отдельных пластин вторичной α -фазы.

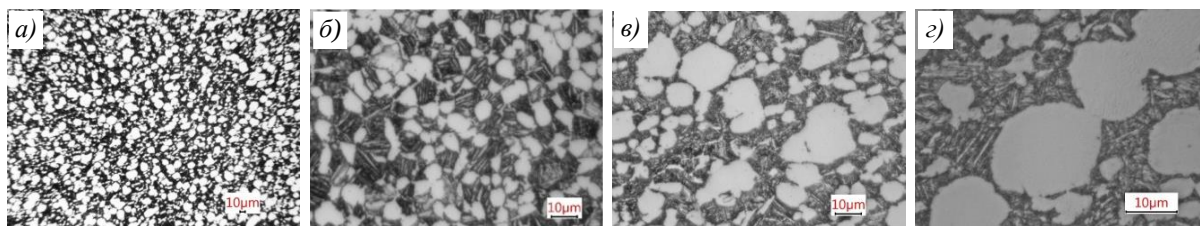


Рис. 8. Микроструктуры типичной поковки (а, б) и аномального образца из штамповки из сплава ВТ46 (в, з)

Крупные глобулярные частицы «наследовались» и не претерпевали существенных изменений при осадке мерной заготовки. Превращенная α -фаза имеет преимущественно пластинчатую морфологию. При этом встречаются отдельные крупные пластинки, которые, вероятно, также «наследовались» от исходного прутка, и дисперсные пластинки, образующие высокодисперсную смесь α - и β -фаз в объеме превращенного материала.

С целью выявления структурных особенностей в области аномального разрушения в зоне, где отсутствуют боковые скосы, изготовлен микрошлиф в плоскости, проходящей через ось симметрии образца и точку на изломе без боковых скосов вблизи поверхности образца. Общий вид микрошлифа представлен на рис. 9. Поверхность разрушения вблизи дефектной зоны более сглаженная по сравнению с противоположной стороной излома вблизи бокового скоса. Ширина сглаженного участка составляет ~ 2 мм.

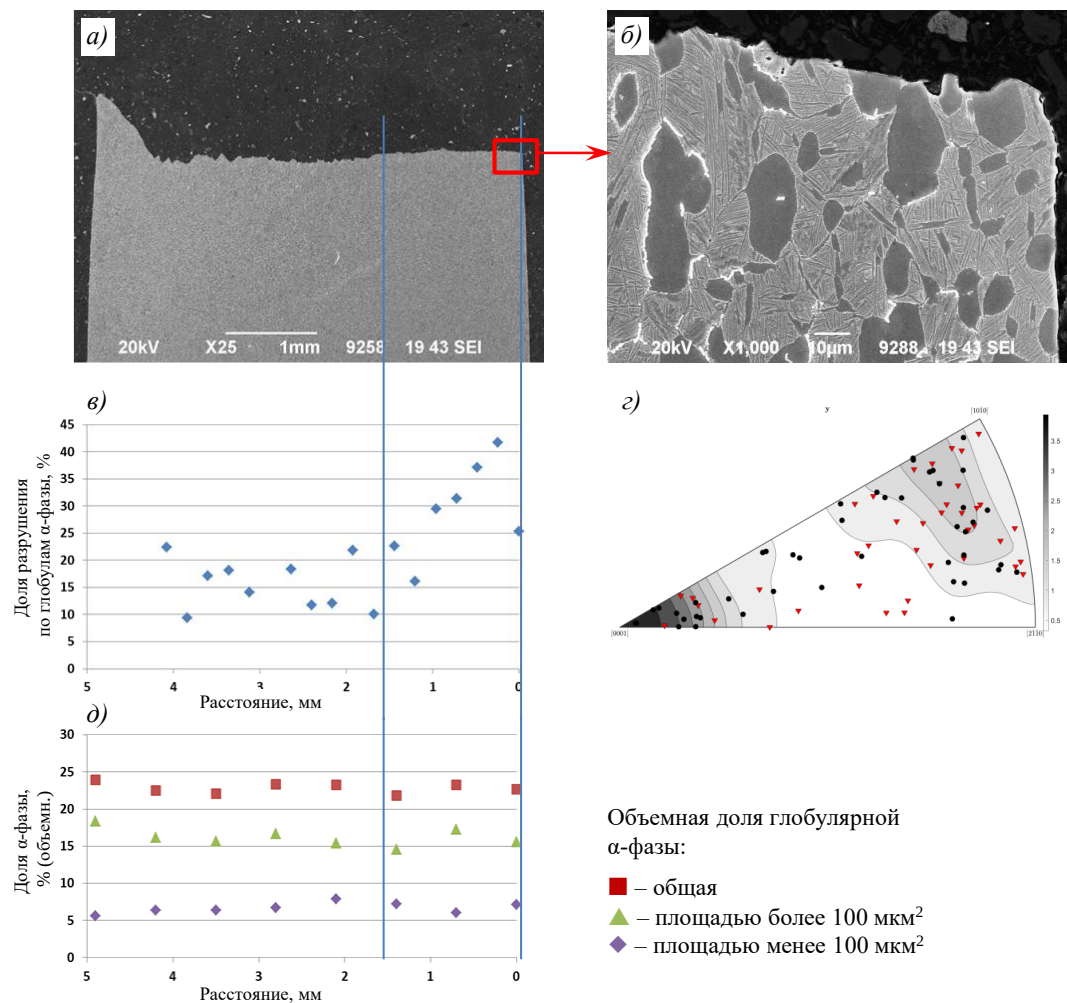


Рис. 9. Микроструктура образца вблизи излома: а – общий вид; б – дефектная зона; в – доля разрушения по глобулярной α -фазе; г – обратная полюсная фигура; д – объемная доля глобулярной α -фазы

При проведении микроструктурных исследований в данном сечении оценена доля излома с разрушением по глобулярным зернам α -фазы. В дефектной области на расстоянии до 1 мм от поверхности доля разрушения по зернам α -фазы составляла от 25 до 42 %, на оставшейся части излома – не превышала 22 % (рис. 9, в). Дополнительно проведена количественная оценка объемной доли глобулярной α -фазы по сечению

образца вдоль поверхности разрушения. Отдельно оценивали долю зерен площадью более и менее 100 мкм^2 (рис. 9, д). Результаты этого анализа не выявили существенных изменений объемной доли глобулярной α -фазы по сечению образца: ~ 16 и ~ 7 % – доля α -фазы площадью более и менее 100 мкм^2 соответственно, ~ 22 % – общая объемная доля.

Анализ научно-технической литературы показал, что на хрупкое разрушение титановых сплавов может влиять кристаллографическая ориентация зерен α -фазы [23–26]. Проведены исследования методом дифракции обратно рассеянных электронов глобулярных зерен α -фазы, по которым прошло разрушение. На основании полученных результатов построена обратная полюсная фигура, показывающая, какие кристаллографические плоскости лежат в макроразрушении.

Определена ориентация 84 зерен: 40 зерен, расположенных на более шероховатом участке поверхности разрушения, и 44 зерна на менее шероховатой области разрушения (на обратной полюсной фигуре (рис. 9, з) обозначены треугольниками и кружками соответственно).

Результаты анализа показали наличие двух текстурных максимумов, один из которых $[0001]$ базисный, а второй вблизи $[10\bar{1}0]$ – призматический. Преобладает максимум $[0001]$. Ориентация зерен в различных областях под поверхностью разрушения равномерная.

При равномерном распределении глобулярной α -фазы наблюдается существенная ее ориентация по оси действия нагрузки.

Факт разрушения в зоне с меньшим напряжением позволяет утверждать, что присутствует более эффективный концентратор напряжений (трещиноподобный дефект), чем сопротивление разрушению в утоненной зоне образования шейки.

Проведенные исследования позволяют следующим образом описать кинетику разрушения аномального образца. На начальном этапе нагружения по достижении равномерной пластической деформации имеет место образование локального пластического утонения – шейки. Трещиноподобный дефект, размер которого меньше критического, остается незадействованным. Однако, находясь в области шейки, данный дефект развивается (статическое подращивание), чему способствует пластическая деформация конгломерата глобулярной α -фазы. При достижении критического размера происходит хрупкое развитие трещиноподобного дефекта. Интересным научным фактом, полученным в ходе данных исследований, является доказательство возможности хрупкого разрушения в условиях общей пластической деформации.

Заключения

Уникальность процесса разрушения исследованного образца заключается в реализации хрупкого разрушения в зоне его локальной пластической деформации при статическом растяжении.

Установлено, что разрушение в образце из титанового сплава ВТ46 по макроразрушению обусловлено формированием трещиноподобного дефекта в условиях общей пластической деформации.

Показано, что сопротивление разрушению титанового сплава системы ВТ46 в охрупченной плоскости образца оказывается меньше сопротивления разрушению в зоне пластической деформации с более высоким уровнем напряжений.

Предложена гипотеза подращивания трещиноподобного дефекта до критических размеров, обеспечивающих реализацию лавинного разрушения под действием упругой энергии в системе нагружения.

Благодарности

Авторы выражают благодарность сотруднику НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ В.В. Автаеву за техническую помощь в работе.

Идея проведения тщательного исследования и основной вклад в описание кинетики разрушения принадлежат Анатолию Владимировичу Гриневичу, высококлассному специалисту в области механических испытаний, внесшему значительный вклад в исследования вязкости разрушения авиационных металлических материалов.

Список источников

1. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов. М.: Машиностроение, 1974. 840 с.
2. Черепанов Г.П. Механика разрушения. М.; Ижевск: Ин-т компьютерных исследований, 2012. 872 с.
3. Кашапов О.С., Павлова Т.В., Калашников В.С., Кондратьева А.Р. Исследование влияния содержания легирующих элементов на свойства высокопрочного жаропрочного псевдо- α -сплава ВТ46 // Труды ВИАМ. 2016. № 9 (45). С. 44–52. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-9-6-6.
4. Солонина О.П., Глазунов С.Г. Современные жаропрочные титановые сплавы и перспективы их применения в двигателях. М.: Металлургия, 1974. 448 с.
5. Radecka A., Bagot P.A.J., Martin T.L. et al. The formation of ordered clusters in Ti–7Al and Ti–6Al–4V // Acta Materialia. 2016. No. 112. P. 141–149. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.03.080.
6. Sperry R., Han S., Chen Z. et al. Comparison of EBSD, DIC, AFM, and ECCI for active slip system identification in deformed Ti–7Al // Materials Characterization. 2021. No. 173 (110941). P. 1–16. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.110941.
7. Acar P., Ramazani A., Sundararaghavan V. Crystal Plasticity Modeling and Experimental Validation with an Orientation Distribution Function for Ti–7Al Alloy // Metals. 2017. No. 7 (459). P. 1–13. DOI: 10.3390/met7110459.
8. Venkataraman A., Shade P., Adebisi R. et al. Study of Structure and Deformation Pathways in Ti–7Al Using Atomistic Simulations, Experiments, and Characterization // Metallurgical and Materials Transactions: A. 2017. Vol. 48. P. 2222–2236. DOI: 10.1007/s11661-017-4024-y.
9. Lim R.E. Effects of Anisotropy in Polycrystalline Ti–7Al Using Far-Field High Energy X-Ray Diffraction Microscopy: Thesis of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy. Pittsburgh: Carnegie Mellon University, 2020. 107 p. URL: https://kilthub.cmu.edu/articles/thesis/Effects_of_Anisotropy_in_Polycrystalline_Ti-7Al_Using_Far-Field_High_Energy_X-Ray_Diffraction_Microscopy/14618439 (дата обращения: 03.10.2025).
10. Adebisi R.A., Sathish S., Pilchak A.L., Shade P.A. Elastic constants of α Ti–7Al measured using resonant ultrasound spectroscopy // AIP Conference Proceedings. 2025. Vol. 1706. P. 070005. DOI: 10.1063/1.4940523.
11. Radecka A., Coakley J., Jones I. et al. Ordering and the micromechanics of Ti–7Al // Materials Science & Engineering A. 2015. Vol. MSA32796. P. 1–26. DOI: 10.1016/j.msea.2015.09.070.
12. Xu Y., Worsnop F., Dye D., Dunne F. Slip intermittency and dwell fatigue in titanium alloys: a discrete dislocation plasticity analysis // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2023. Vol. 179. P. 1–32. URL: <https://arxiv.org/pdf/2307.05316> (дата обращения: 03.10.2025). DOI: 10.1016/j.jmps.2023.105384.
13. Chatterjee K., Ko J.Y.P., Weiss J.T. et al. Study of residual stresses in Ti–7Al using theory and experiments // Journal of the Mechanics and Physics of Solids. 2017. No. 109. P. 95–116. DOI: 10.1016/j.jmps.2017.08.008.
14. Lim R.E., Pagan D.C., Boyce D.E. et al. Grain-resolved temperature-dependent anisotropy in hexagonal Ti–7Al revealed by synchrotron X-ray diffraction // Materials Characterization. 2021. No. 174 (110943). P. 1–13. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.110943.
15. Acar P. Uncertainty Quantification for Ti–7Al Alloy Microstructure with an Inverse Analytical Model (AUQLin) // Materials. 2019. No. 12 (1773). P. 1–13. DOI: 10.3390/ma12111773.

16. Ерак А.Д., Киселев А.С. Связь параметров трещиностойкости с параметрами структуры изломов при испытании на трехточечный изгиб // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 156–166. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 03.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-156-166.
17. Монахов А.Д., Яковлев Н.О. Применение метода глубокого обучения при исследовании характеристик трещиностойкости // *Труды ВИАМ*. 2024. № 6 (136). С. 80–91. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-80-91.
18. Сутубалов А.И., Подживотов Н.Ю., Шершак П.В., Яковлев Н.О. Оценка однородности физико-механических свойств полуфабрикатов авиационного назначения // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 1 (74). С. 121–135. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 03.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-121-135.
19. Горбовец М.А., Ходинев И.А., Монин С.А. Испытания конструкционных металлических материалов на скорость роста трещины усталости в коррозионно-активной среде (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 12 (118). С. 135–144. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-135-144.
20. Проходцева Л.В., Наприенко С.А. Особенности разрушения титанового сплава ВТ41 в разном структурном состоянии при статическом и динамическом нагружении // *Деформация и разрушение материалов*. 2014. № 2. С. 42–47.
21. Чабина Е.Б., Алексеев А.А., Филонова Е.В., Лукина Е.А. Применение методов аналитической микроскопии и рентгеноструктурного анализа для исследования структурно-фазового состояния материалов // *Труды ВИАМ*. 2013. № 5. С. 29–35. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2025).
22. Григоренко В.Б., Морозова Л.В. Применение растровой электронной микроскопии для изучения начальных стадий разрушения // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 1 (50). С. 77–87. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-77-87.
23. Zheng Z., Balint D.S., Dunne F.P.E. Investigation of slip transfer across HCP grain boundaries with application to cold dwell facet fatigue // *Acta Materialia*. 2017. No. 127. P. 43–53. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.01.021.
24. Stinville J.C., Ludwig W., Callahan P.G. et al. Observation of bulk plasticity in a polycrystalline titanium alloy by diffraction contrast tomography and topotomography // *Materials Characterization*. 2022. No. 188. P. 1–24.
25. Wielewski E., Arthington M., Siviour C., Petrinic N. Characterising the Effects of Strain Rate, Crystallographic Texture and Direction of Loading on the Mechanical Behaviour of Ti–6Al–4V // *Journal of Dynamic Behavior of Materials*. 2015. No. 1. P. 462–471. DOI: 10.1007/s40870-015-0040-4.
26. Zang K., Yang K.V., Lim S. et al. Effect of the presence of macrozones on short crack propagation in forged two-phase titanium alloys // *International Journal of Fatigue*. 2017. No. 104. P. 1–11.

References

1. Fridman Ya.B. *Mechanical Properties of Metals*. Moscow: Mashinostroenie, 1974, 840 p.
2. Cherepanov G.P. *Fracture Mechanics*. Moscow; Izhevsk: Institute of Computer Research, 2012, 872 p.
3. Kashapov O.S., Pavlova T.V., Kalashnikov V.S., Kondrateva A.R. Research of influence of alloying elements content on properties of high strength near alpha heat resistance titanium alloy VT46. *Trudy VIAM*, 2016, no. 9, pp. 44–52. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-9-6-6.
4. Solonin O.P., Glazunov S.G. *Modern heat-resistant titanium alloys and prospects for their application in engines*. Moscow: Metallurgiya, 1974, 448 p.
5. Radecka A., Bagot P.A.J., Martin T.L. et al. The formation of ordered clusters in Ti–7Al and Ti–6Al–4V. *Acta Materialia*, 2016, no. 112, pp. 141–149. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.03.080.

6. Sperry R., Han S., Chen Z. et al. Comparison of EBSD, DIC, AFM, and ECCI for active slip system identification in deformed Ti–7Al. *Materials Characterization*, 2021, no. 173 (110941), pp. 1–16. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.110941.
7. Acar P., Ramazani A., Sundararaghavan V. Crystal Plasticity Modeling and Experimental Validation with an Orientation Distribution Function for Ti–7Al Alloy. *Metals*, 2017, no. 7 (459), pp. 1–13. DOI: 10.3390/met7110459.
8. Venkataraman A., Shade P., Adebisi R. et al. Study of Structure and Deformation Pathways in Ti–7Al Using Atomistic Simulations, Experiments, and Characterization. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 2017, vol. 48, pp. 2222–2236. DOI: 10.1007/s11661-017-4024-y.
9. Lim R.E. *Effects of Anisotropy in Polycrystalline Ti–7Al Using Far-Field High Energy X-Ray Diffraction Microscopy*: Thesis of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy. Pittsburgh: Carnegie Mellon University, 2020, 107 p. URL: https://kilthub.cmu.edu/articles/thesis/Effects_of_Anisotropy_in_Polycrystalline_Ti-7Al_Using_Far-Field_High_Energy_X-Ray_Diffraction_Microscopy/14618439 (accessed: October 03, 2025).
10. Adebisi R.A., Sathish S., Pilchak A.L., Shade P.A. Elastic constants of α Ti–7Al measured using resonant ultrasound spectroscopy. *AIP Conference Proceedings*, 2025, vol. 1706, p. 070005. DOI: 10.1063/1.4940523.
11. Radecka A., Coakley J., Jones I. et al. Ordering and the micromechanics of Ti–7Al. *Materials Science & Engineering A*, 2015, vol. MSA32796, pp. 1–26. DOI: 10.1016/j.msea.2015.09.070.
12. Xu Y., Worsnop F., Dye D., Dunne F. Slip intermittency and dwell fatigue in titanium alloys: a discrete dislocation plasticity analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2023, vol. 179, pp. 1–32. URL: <https://arxiv.org/pdf/2307.05316> (accessed: October 03, 2025). DOI: 10.1016/j.jmps.2023.105384.
13. Chatterjee K., Ko J.Y.P., Weiss J.T. et al. Study of residual stresses in Ti–7Al using theory and experiments. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2017, no. 109, pp. 95–116. DOI: 10.1016/j.jmps.2017.08.008.
14. Lim R.E., Pagan D.C., Boyce D.E. et al. Grain-resolved temperature-dependent anisotropy in hexagonal Ti–7Al revealed by synchrotron X-ray diffraction. *Materials Characterization*, 2021, no. 174 (110943), pp. 1–13. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.110943.
15. Acar P. Uncertainty Quantification for Ti–7Al Alloy Microstructure with an Inverse Analytical Model (AUQLin). *Materials*, 2019, no. 12 (1773), pp. 1–13. DOI: 10.3390/ma12111773.
16. Erak A.D., Kiselev A.S. Correlation between fracture toughness parameters and fracture surfaces structure parameters for three-point bending tests. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 156–166. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 03, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-156-166.
17. Monakhov A.D., Yakovlev N.O. Application of the deep learning method in studying crack resistance characteristics. *Trudy VIAM*, 2024, no. 6 (136), pp. 80–91. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-80-91.
18. Sutubalov A.I., Podzhivotov N.Yu., Shershak P.V., Yakovlev N.O. Evaluation of homogeneity of physical and mechanical properties of semi-finished products for aviation purpose. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 121–135. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 03, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-121-135.
19. Gorbovets M.A., Khodinev I.A., Monin S.A. Tests of structural metallic materials for the fatigue crack growth rate in a corrosive environment (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 12 (118), pp. 135–144. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 14, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-12-135-144.
20. Prokhodtseva L.V., Naprienko S.A. Features of destruction of titanium alloy VT41 in different structural states under static and dynamic loading. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2014, no. 2, pp. 42–47.
21. Chabina E.B., Alekseev A.A., Filonova E.V., Lukina E.A. Application of methods of analytical microscopy and X-ray of the structural analysis for research of structural and phase condition of materials. *Trudy VIAM*, 2013, no. 5, pp. 29–35. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 24, 2025).

22. Grigorenko V.B., Morozova L.V. Application of the scanning electron microscopy for studying of initial destruction stages. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 1 (50), pp. 77–87. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-1-77-87.
23. Zheng Z., Balint D.S., Dunne F.P.E. Investigation of slip transfer across HCP grain boundaries with application to cold dwell facet fatigue. *Acta Materialia*, 2017, no. 127, pp. 43–53. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.01.021.
24. Stinville J.C., Ludwig W., Callahan P.G. et al. Observation of bulk plasticity in a polycrystalline titanium alloy by diffraction contrast tomography and topotomography. *Materials Characterization*, 2022, no. 188, pp. 1–24.
25. Wielewski E., Arthington M., Siviour C., Petrinic N. Characterising the Effects of Strain Rate, Crystallographic Texture and Direction of Loading on the Mechanical Behaviour of Ti–6Al–4V. *Journal of Dynamic Behavior of Materials*, 2015, no. 1, pp. 462–471. DOI: 10.1007/s40870-015-0040-4.
26. Zang K., Yang K.V., Lim S. et al. Effect of the presence of macrozones on short crack propagation in forged two-phase titanium alloys. *International Journal of Fatigue*, 2017, no. 104, pp. 1–11.

Информация об авторах

Гриневи́ч Анато́лий Влади́мирович, доктор технических наук, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Сибает Илья́ Го́ярович, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Наприенко Серге́й Алекса́ндрович, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кашапов Оле́г Салава́тович, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Калашников Влади́мир Серге́евич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Anatoly V. Grinevich, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ilya G. Sibaev, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey A. Naprienko, Deputy Head of Laboratory for Science, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

Статья поступила в редакцию 27.11.2025; получена после доработки 10.12.2025;
одобрена и принята к публикации после рецензирования 13.01.2026.
The article was submitted 27.11.2025; received in revised form 10.12.2025;
approved and accepted for publication after reviewing 13.01.2026.

Научная статья

УДК 620.17:629.7.042

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-159-173

ИСПЫТАНИЯ НА ИЗГИБ ОБРАЗЦОВ ТРЕХСЛОЙНЫХ СОТОВЫХ ПАНЕЛЕЙ ПОЛА ВОЗДУШНЫХ СУДОВ

П.В. Шершак¹, Н.О. Яковлев¹, А.А. Баранников¹

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

Аннотация. Рассмотрены требования к проведению испытаний на изгиб образцов трехслойных сотовых панелей пола и наиболее часто возникающие ошибки в интерпретации методик проведения испытаний. Проанализированы требования разработчиков воздушных судов к показателям свойств при испытании на изгиб, а также данные производителей панелей пола для воздушных судов. Ввиду отсутствия стандартов, устанавливающих требования к проведению испытаний на изгиб именно панелей пола, приведены обоснования применения методик, отличных от ГОСТов, устанавливающих требования к испытаниям трехслойных сэндвич-конструкций.

Ключевые слова: трехслойные сотовые панели, панели пола, сэндвич-конструкции, изгиб, трехточечный изгиб, четырехточечный изгиб, прогиб

Для цитирования: Шершак П.В., Яковлев Н.О., Баранников А.А. Испытания на изгиб образцов трехслойных сотовых панелей пола воздушных судов // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 159–173. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-159-173.

Scientific article

BENDING TESTS OF AIRCRAFT FLOOR SANDWICH HONEYCOMB PANEL SAMPLES

P.V. Shershak¹, N.O. Yakovlev¹, A.A. Barannikov¹

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 work examines the requirements for conducting bending tests of aircraft floor sandwich honeycomb panel samples and the most common errors in the interpretation of test methods. An analysis of the requirements of aircraft developers for property indicators during bending tests is conducted, along with data from manufacturers of aircraft floor panels. Due to the lack of standards establishing requirements specifically for the bending tests of floor panels, the work provides justifications for applying methodologies that differ from GOST standards, which set requirements for testing sandwich structures.

Keywords: sandwich honeycomb panels, floor panels, sandwich structures, bending, three-point bending, four-point bending, deflection

For citation: Shershak P.V., Yakovlev N.O., Barannikov A.A. Bending tests of aircraft floor sandwich honeycomb panel samples. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 159–173. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-159-173.

Введение

В настоящее время преимущества применения полимерных композиционных материалов в конструкциях интерьера (в частности, в панелях пола) воздушных судов (ВС) очевидны [1, 2]. Мировая практика гражданского авиастроения показывает, что применение полимерных композиционных материалов в панелях пола обусловлено комплексом факторов, выходящих за рамки простого облегчения конструкции. Такие конструкции должны не только быть легкими, но и удовлетворять ряду других требований по механическим нагрузкам и пожаробезопасности. Поэтому трудно сразу распознать сложную интеграцию материаловедческих и технологических решений, которая стоит за кажущейся простотой конструкции панелей пола ВС.

Оценка качества панелей пола и их соответствия требованиям по механическим свойствам проводится путем испытаний образцов панелей пола. Однако речь идет об определении свойств не материала, а самой конструкции или ее элемента. Таким образом, требования к большинству испытаний образцов панелей пола отличны от требований к испытаниям трехслойных сотовых конструкций (сэндвич-конструкций) в целом. Именно поэтому существующие ГОСТы, ASTM и другие стандарты, устанавливающие требования к испытаниям образцов сэндвич-конструкций, не подходят для некоторых видов испытаний панелей пола.

Для таких испытаний существуют специальные требования, установленные в зарубежных спецификациях или российских технических заданиях разработчиков самолетов, которые затем включают в технические условия на заготовки панелей пола.

Несмотря на узкую специфику и конкретику в назначении панелей пола, встречается ряд ошибок при реализации требований к проведению испытаний образцов. Например, определение значения усилия отрыва обшивки на барабане имеет особенности для образцов панелей пола, наиболее полно данное испытание с методической точки зрения описано в работе [3]. Существуют также особенности при проведении испытаний на изгиб образцов панелей пола.

Данная работа посвящена анализу требований, показателям свойств, данным производителей и методике проведения испытаний панелей пола на изгиб.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 2. «Фундаментально-ориентированные исследования, квалификация материалов, неразрушающий контроль» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [4].

Требования к испытаниям панелей пола

В части требований к панелям пола разработчики ВС устанавливают два вида испытаний на изгиб (рис. 1): трехточечный изгиб (в контексте панелей пола также встречается под названием «3-точечный изгиб», «короткая балка», «short beam», «shear») и четырехточечный изгиб («4-точечный изгиб», «длинная балка», «long beam»).

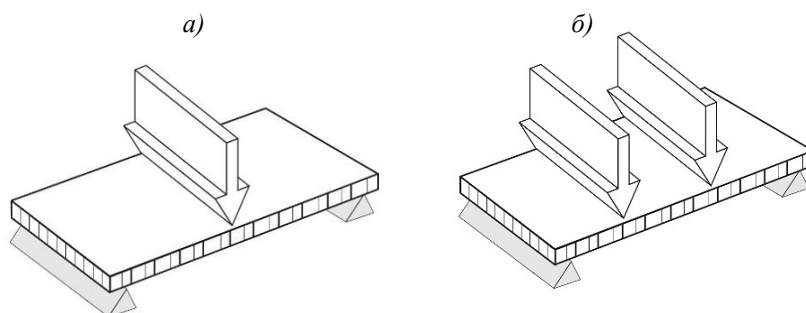


Рис. 1. Трехточечный (а) и четырехточечный (б) изгибы образцов панелей пола

Часто в требованиях к проведению испытаний на изгиб образцов панелей пола в качестве методик указывают ASTM C393/C393M (ГОСТ Р 56791–2023) и ASTM D7249/D7249M (ГОСТ Р 56680–2015), однако использовать эти стандарты напрямую, без учета специально оговоренных отклонений в данном случае **ошибочно**. Это связано с тем, что данные стандарты устанавливают требования к определению характеристик материалов внутреннего (в данном случае сотового заполнителя) и внешнего (обшивок) слоев сэндвич-конструкций соответственно, т. е. непосредственно материалов, входящих в состав трехслойной сотовой панели.

Панели пола имеют изначально заданную (практически всеми разработчиками ВС в РФ и за рубежом) конкретную толщину, составляющую 10,16 мм, а их расположение в самолете ограничивается типовыми размерами конструкции каркаса пола (рис. 2). Панели пола лежат на «ячейках» определенного размера [5]. Данное инженерное решение учитывает нагрузки, приходящиеся на панели пола не только от пассажиров, но и от нагруженных едой тележек бортопроводников.



Рис. 2. Места для установки панелей пола в самолете (фотография ООО «ЦАТИ») [6]

Поэтому разработчики ВС устанавливают определенные требования к панелям пола как к конструкции. Исторически сложилось так, что для панелей пола требуют и определяют не относительные значения показателей при изгибе (такие как прочность и модуль упругости), а абсолютные значения нагрузки (в ньютонах) и прогиба (в миллиметрах) для образцов конкретных размеров при строго заданных расстояниях между опорами испытательной машины.

В данных требованиях разработчики ВС в РФ ориентировались на зарубежные спецификации на материалы для авиационной техники. В частности, для панелей пола используются требования из спецификаций фирмы Boeing, например из документа Boeing Material Specification BMS 4-17M. На рис. 3 приведена выдержка из данной спецификации. Поэтому требования к методикам испытаний разработчиков ВС в РФ такие же, как и в общемировой практике испытаний образцов панелей пола.

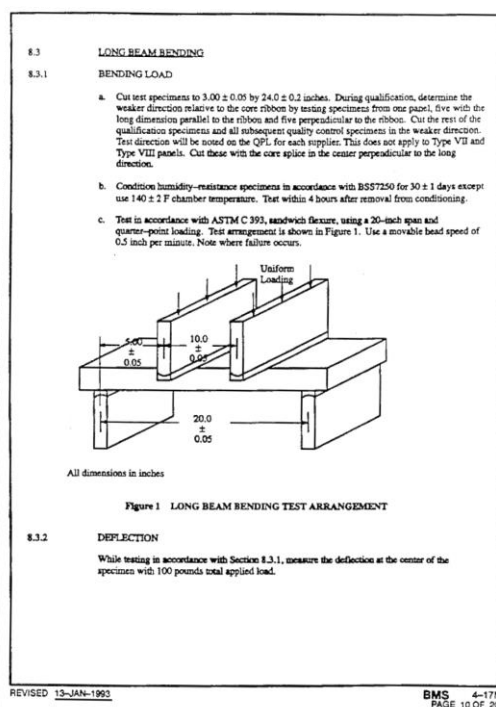


Рис. 3. Выдержка из документа Boeing Material Specification BMS 4-17M на панели пола

Направление склеек сотового заполнителя

Одним из важнейших факторов при испытании образцов трехслойных сотовых панелей пола является расположение сотового заполнителя в образце. Сотовый заполнитель обладает ортотропными свойствами (имеет разные значения показателей свойств во взаимно перпендикулярных направлениях). Это связано с особенностями производства сотового заполнителя. Чаще всего в мировой практике для панелей пола используют полимерные сотовые заполнители на основе фенилоновой бумаги [7]. В России ввиду санкционной политики применяют также сотовые заполнители на основе других материалов, как правило стеклопластиковые. Различают несколько технологий производства полимерных сотовых заполнителей [8], но неотъемлемой частью всех процессов является использование так называемых клеевых полос. При изготовлении полимерных сот методом растяжения на полотно, используемое для изготовления сот материала, наносят клеевые полосы, после склеивания полотен в пакет и последующей его растяжки получают блоки, которые пропитывают связующим. Далее полученный сотоблок просушивают и нарезают на листы требуемой толщины (рис. 4).

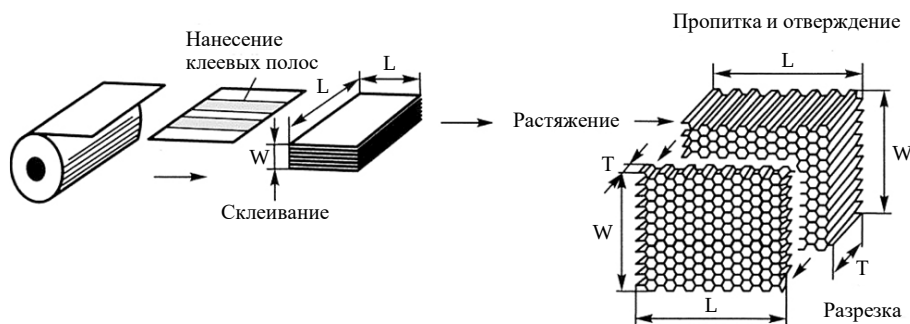


Рис. 4. Краткая схема процесса производства полимерного сотового заполнителя методом растяжения [9]

Таким образом, в используемых листах сотового заполнителя есть два основных направления – направление клеевых полос (Ribbon direction, L-direction) и направление, перпендикулярное клеевым полосам (W-direction, Transverse ribbon direction, реже – T-direction) (рис. 5).

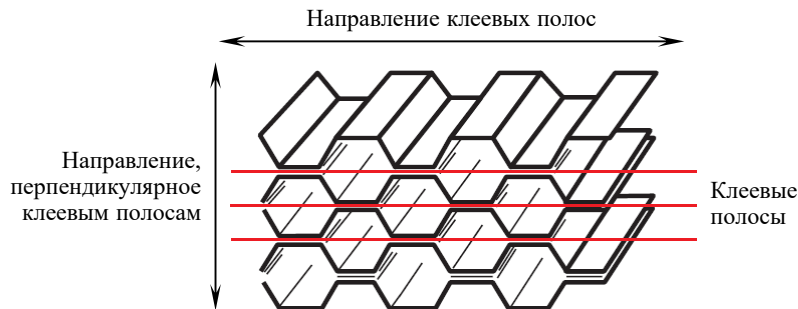


Рис. 5. Направление клеевых полос в сотовом заполнителе

Производители сотовых заполнителей всегда указывают свойства заполнителя в обоих направлениях (рис. 6).



Typical Mechanical Properties

Honeycomb Designation	Stabilised Compression		Plate Shear			
	Strength (MPa)	Modulus (MPa)	Strength "L" Direction (MPa)	Modulus "L" Direction (MPa)	Strength "W" Direction (MPa)	Modulus "W" Direction (MPa)
A1-23-19	0.60	38	0.50	16	0.25	11
A1-24-6	0.70	41	0.50	20	0.26	14
A1-29-3	0.90	60	0.50	25	0.35	17

Рис. 6. Пример свойств сотовых заполнителей по данным производителя [10]

В этой связи характеристики, получаемые при испытании образцов панелей пола на изгиб, будут зависеть от расположения заполнителя в образце. Разработчики ВС, понимая данную особенность, при формулировании требований к панелям пола указывают, как должен быть расположен сотовый заполнитель в образцах для испытаний. При этом разработчик ВС выбирает одно расположение – самое «худшее», т. е. то, при котором значения определяемого показателя будет ниже. Данное требование логично, поскольку при удовлетворении ему характеристики панелей пола при другом расположении сотового заполнителя будут однозначно выше. Кроме того, предъявляют требования к уровню свойств в обоих направлениях, но реже.

Важно, что в требованиях может встречаться формулировка: «нагрузку прикладывают в направлении клеевых полос». Возможно, такое требование появляется в связи с неточным переводом зарубежных спецификаций на русский язык. В таких случаях требуется уточнение, поскольку при испытаниях на изгиб нагрузка к образцу прикладывается в плоскости, перпендикулярной к плоскости сотового заполнителя, при любом направлении клеевых полос. Наиболее корректно требование к испытанию, когда

указывается направление клеевых полос относительно самого образца, – например, «направление клеевых полос сотового заполнителя параллельно ширине образца» («параллельно короткому размеру образца» – в зарубежной интерпретации).

Таким образом, существуют следующие варианты указаний направления клеевых полос в сотовом заполнителе:

- направление клеевых полос с наименьшими значениями показателей свойств при изгибе (рис. 7, а):
 - клеевые полосы параллельны ширине образца;
 - клеевые полосы перпендикулярны длине образца;
 - Transverse ribbon direction;
 - W-direction (редко – T-direction);
- направление клеевых полос с наибольшими значениями показателей свойств при изгибе (рис. 7, б):
 - клеевые полосы перпендикулярны ширине образца;
 - клеевые полосы параллельны длине образца;
 - Ribbon direction;
 - L-direction.

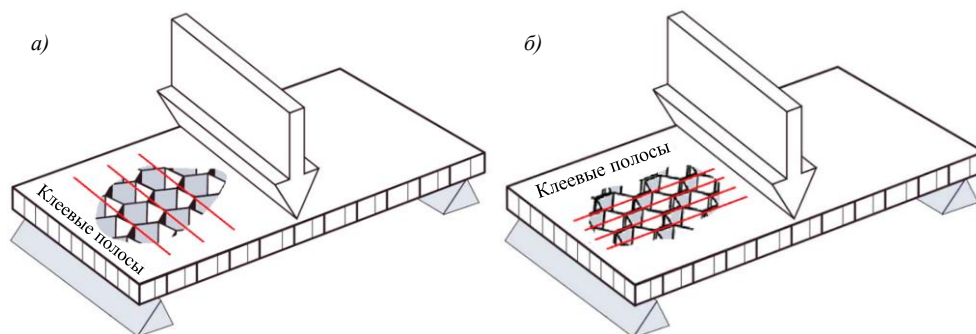


Рис. 7. Расположение клеевых полос заполнителя в образце при испытании на изгиб: а – меньшее значение разрушающей нагрузки (клеевые полосы параллельны ширине образца); б – большее значение разрушающей нагрузки (клеевые полосы перпендикулярны ширине образца)

Известны случаи, когда производитель панелей пола трактует направления иначе. Например, американский производитель Collins Aerospace (до 2018 г. компания Rockwell Collins) [11] в информационных материалах Ribbon direction называет слабым направлением, что противоречит данным производителя сотовых заполнителей. В таких случаях нужно всегда обращать внимание на интерпретацию направлений.

Трехточечный изгиб (короткая балка)

Приведена методика испытаний образцов панелей пола на трехточечный изгиб в соответствии с требованиями разработчиков ВС. Схема испытаний на трехточечный изгиб представлена на рис. 8.

Размеры, показанные на рис. 8, продиктованы требованиями зарубежных спецификаций, где изначально они выражены в дюймах (например, расстояние между опорами в зарубежных требованиях составляет 4 дюйма). Это объясняет такие значения в метрической системе. Позже разработчики ВС стали предъявлять более конкретные требования к оснастке для проведения испытаний, заимствованные по большей части из ГОСТов на испытания сэндвич-конструкций, в том числе представленные далее.

Металлические опоры и нагружающий элемент шириной 75 мм должны иметь радиус от 3 до 15 мм, высота опор должна составлять 150 мм. При этом на опоры и под нагружающий элемент в местах контакта с испытуемым образцом устанавливают прокладки из штампованной резины шириной 25 мм, толщиной 3 мм и твердостью по Шору А ~60 усл. ед.

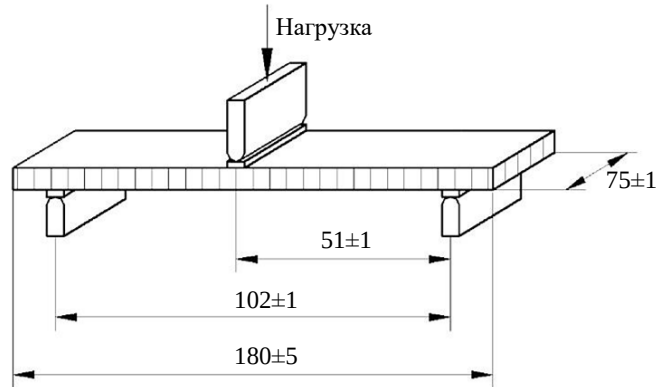


Рис. 8. Схема испытаний на трехточечный изгиб образцов панелей пола (размеры указаны в миллиметрах)

Образец нагружают равномерно до разрушения со скоростью перемещения траверсы 6 мм/мин (в спецификации BMS 4-17M: 0,1 дюйм/мин).

Некоторые разработчики ВС устанавливают требования к допустимым видам разрушения. Так, в данном случае может быть указан единственно допустимый вид разрушения – разрушение сотового заполнителя при сдвиге (другие виды разрушений, такие как разрушение обшивки, не допускаются). При недопустимых видах разрушения используют новые образцы.

За результат испытаний принимается значение нагрузки в ньютонах, при которой образец разрушился. Расчет прочности при изгибе (в данном случае прочности при сдвиге сотового заполнителя) не требуется.

Типовые значения разрушающей нагрузки образцов с клеевыми полосами, расположенными параллельно ширине образца, составляют от 2000 до 5000 Н в зависимости от типа панели пола пассажирского салона, а следовательно, в зависимости от типа используемого сотового заполнителя. При испытании образцов с направлением клеевых полос перпендикулярно ширине образца соответствующие значения разрушающей нагрузки могут быть больше в 1,5–2 раза [12].

Результаты данного испытания практически полностью определяются характеристиками сотового заполнителя, а конкретно его прочностью при сдвиге в двух направлениях (по направлению клеевых полос и перпендикулярно ему). Трехточечный изгиб еще называют испытанием на сдвиг (shear), не путать со сдвигом в плоскости листа (in-plane shear). Поэтому для обеспечения необходимых требований к данному виду испытаний необходимо правильно выбрать сотовый заполнитель. В совокупности с требованиями к панелям пола по прочности при сжатии, где результат также зависит только от характеристик сотового заполнителя, подобрать необходимые материалы для обеспечения требований к трехточечному изгибу, как правило, не составляет труда. В практике производства панелей пола как в России, так и за рубежом проблем с данным видом испытаний и обеспечением требуемых при этом показателей не возникало, в отличие от четырехточечного изгиба.

Четырехточечный изгиб (длинная балка)

Схема испытаний на четырехточечный изгиб представлена на рис. 9.

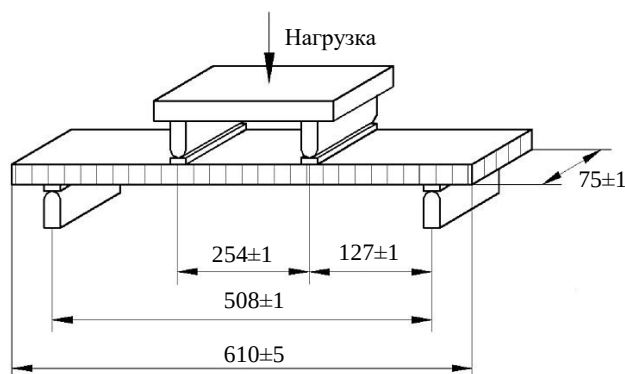


Рис. 9. Схема испытаний на четырехточечный изгиб образцов панелей пола (размеры указаны в миллиметрах)

Приведенные размеры также соответствуют исходным зарубежным нормативным документам по испытаниям образцов панелей пола: расстояние между опорами 20 дюймов, между верхними нагружающими элементами 10 дюймов. Требования разработчиков ВС к оснастке (опорам, нагружающим элементам, прокладкам) такие же, как при испытаниях на трехточечный изгиб.

Требования к скорости нагружения могут различаться у разных разработчиков ВС в РФ, но, как правило, это два варианта: 6 или 12 мм/мин. В спецификации BMS 4-17M указано 0,5 дюйм/мин.

При четырехточечном изгибе определяют два показателя:

- разрушающая нагрузка в ньютонах;
- прогиб образца при нагрузке 445 Н в миллиметрах (100 фунтов, согласно спецификации BMS 4-17M).

В табл. 1 представлены требования разработчиков ВС к значениям разрушающей нагрузки и прогиба при четырехточечном изгибе. Приведенные значения относятся к образцам с обшивками из стеклопластика (кроме отмеченных символом «*») с «худшим» расположением клеевых полос сотового заполнителя – параллельно ширине образца. Бывает так, что разработчик ВС все же предъявляет требования к значениям свойств в обоих направлениях клеевых полос сотового заполнителя в образце – например, в требованиях к панелям пола самолета МС-21.

Таблица 1

Требования разработчиков воздушных судов к проведению испытаний на четырехточечный изгиб образцов панелей пола

Разработчик воздушного судна (марка)	Разрушающая нагрузка, Н (не менее)			Прогиб, мм (не более)		
	для панелей пола типа					
	I	II	III	I	II	III
ПАО «Яковлев» ¹ (SSJ-NEW) [13]	1100	1400	2450	14,0	15,2	14,0
ПАО «Яковлев» ² (МС-21) [14]	1530*	1650*	1850	10,9*	8,51*	15,4
ПАО «Ил» (Ил-96-600) [15]	1020	1422	1422	30	20	20
ПАО «Туполев» (Ту-204/214) [6]	1020	1324	1520	25	22	21

¹ На момент формирования требований – АО «Гражданские самолеты Сухого».

² На момент формирования требований – ПАО «Научно-производственная корпорация «Иркут».

* Приведены требования к панелям пола с обшивками из углепластика. В остальных случаях указаны значения для обшивок из стеклопластика.

Примечание. Типы панелей пола: I – зона под креслами пассажирского салона, II – зона проходов (между креслами), III – сервисная зона (входов/выходов).

Как видно из данных табл. 1, требования разработчиков ВС существенно различаются, особенно в части прогиба образцов. Необходимо отметить, что ранее некоторые разработчики ВС ориентировались на информацию зарубежных производителей панелей пола, в том числе рекламного характера. Кроме того, различие в требованиях также связано с различными материалами, используемыми при производстве панелей пола. В требованиях к самолету МС-21 разработчиком ВС указаны разные материалы в обшивках (углепластик для панелей I и II типа и стеклопластик для панелей III типа).

Существуют также проблемы при формировании требований к панелям пола, когда разработчик ВС использует данные зарубежных производителей и комбинирует их друг с другом. Поскольку практически все показатели свойств панелей пола взаимосвязаны, не всегда возможно получить наилучшие результаты по всем характеристикам одновременно. Например, при поисках оптимального решения с учетом необходимости удовлетворения требований к наименьшей возможной массе панелей производителю придется использовать сотовый наполнитель более низкой плотности (при условии использования тех же негорючих препрегов). Как следствие, становится невозможным выполнить повышенные требования к прочности при сжатии и малому значению прогиба панелей при изгибе или необходимо выбрать длительный путь разработки новых материалов, где приходится сталкиваться с проблемами, возникающими при создании новых связующих и препрегов [16–19]. Существуют и другие примеры противоречивости исходных требований, связанные с тем, что зарубежные производители не всегда могут подтвердить заявленные характеристики выпускаемых панелей результатами испытаний.

Свойства панелей пола (толщиной 10,16 мм) при четырехточечном изгибе по данным производителей приведены в табл. 2.

Таблица 2

Свойства панелей пола при четырехточечном изгибе по данным производителей

Производитель	Марка панели	Разрушающая нагрузка, Н			Прогиб, мм		
		для панелей пола типа					
		I	II	III	I	II	III
С обшивками из стеклопластика							
The Gill Corporation [20]	Gillfloor 4417 Ty I, II, III	1206	1282	1727	20	19	14
AIM Altitude UK Ltd [21]	UNS 2, UNS 4	1330*	1555*	–	18*	20*	–
Collins Aerospace [11]	NE1G26-33-400, NE1G25-25-400, NE1G27-34-400	1303	1708	2797	20,4	14,4	9,3
Euro-Composites group [22]	133E	870	–	–	20,1	–	–
Showa Aircraft Industry [23]	AeroRigid 4155	–	–	3015	–	–	8,1
С обшивками из углепластика							
The Gill Corporation [20]	Gillfloor 4709 Type V, III, II	1610	1610	1735	10,4	10,4	10,2
* Данные приведены для «лучшего» расположения склеек сотового заполнителя (перпендикулярно ширине образца). Примечание. Типы панелей пола: I – зона под креслами пассажирского салона, II – зона проходов (между креслами), III – сервисная зона (входов/выходов).							

Производители не всегда указывают статистический характер приводимых данных (типовые, средние или минимальные). Производитель AIM Altitude UK Ltd указывает, что представлены базисные значения, а компания Showa Aircraft Industry приводит типовые значения с пометкой, что они не должны использоваться в конструкторских спецификациях. Остальные производители, представленные в табл. 2, в информационных проспектах данную информацию не приводят. При этом разработчики ВС предъявляют требования к минимальным значениям, ниже которых не допустимы результаты

испытаний ни по одному образцу. Поэтому при анализе потенциала производителей панелей пола необходимо уточнять характер приводимых ими данных.

Следует обращать внимание на величину нагрузки, при которой указывается прогиб. Известны случаи, когда производитель указывает прогиб при нагрузке в 2 раза меньше требуемой, т. е. при 222 Н, при этом значение прогиба в ~2 раза меньше, чем при требуемой нагрузке 445 Н. Возможно, эти данные указываются для соответствия каким-то иным требованиям, однако в рамках спецификации на материалы панелей пола такое требование отсутствует. Например, компания Нехсел таким образом указывала данные для панелей марки Fiberlam 2100 (когда производила панели пола).

Сравнивая данные табл. 1 и 2, можно сделать вывод, что требования к самолету SSJ-NEW по значению прогиба при изгибе трудновыполнимы с применением обшивок из стеклопластика, что указано в требованиях разработчика ВС. Обеспечение невысоких значений прогиба при заданных толщине, массе и других механических показателях панелей с указанием используемых материалов – трудная, а иногда невыполнимая задача.

Как следствие, при разработке панелей пола возникает необходимость подбора исходных материалов для достижения заданных требований, хотя уже давно устоялась практика использования сотовых заполнителей определенной плотности и высоты, так же как и специально разработанных препрегов (удовлетворяющих требованиям по горючести). Тем не менее для достижения специальных требований возможно использовать заполнители другой плотности, как и различное сочетание марок препрегов в обшивках и их количества, если это удовлетворяет требованиям к массе 1 м² панели пола, которая, как правило, имеет определенное значение для каждого типа панелей. При этом ошибочным будет решение снижать толщину обшивки с целью уменьшения массы панели [24].

Изменение плотности сотового заполнителя практически не влияет на значение прогиба при изгибе, в отличие от высоты сотового заполнителя [25], так же как использование более жестких обшивок из углепластика (вместо стеклопластика) [26].

Рассчитать значение прогиба панели можно заранее по формуле [25]

$$\delta = \frac{11PL^3}{64E_{\text{об}}(h^3 - h_c^3)b} + \frac{PLh_c}{2G(h + h_c)^2b}, \quad (1)$$

где P – нагрузка, прикладываемая к образцу, Н; L – расстояние между опорами, мм; $E_{\text{об}}$ – модуль упругости обшивки, МПа; h – высота образца для испытаний, мм; h_c – высота сотового заполнителя, мм; b – ширина образца для испытаний, мм; G – модуль сдвига сотового заполнителя в направлении W (при расположении клеевых полос параллельно ширине образца), МПа.

Формула (1) выведена из формулы расчета прогиба, приводимой в ранних редакциях стандарта ASTM C393 (в действующей редакции стандарта она отсутствует), и учитывает схему испытаний, представленную на рис. 9 (Quarter Point Loading), поэтому в ней фигурирует только расстояние между нижними опорами. Первое слагаемое учитывает основной вклад, вносимый в прогиб трехслойной балкой, второе – вклад характеристик сдвига сотового заполнителя.

Данная формула применима при допущениях, что материалы обшивок и сотового заполнителя подчиняются закону Гука в пределах заданной нагрузки, не нарушается связь между обшивкой и сотовым заполнителем, а напряжения в зонах контакта опор и нагружающих элементов не учитываются. Применимость формулы ограничивается трехслойными сотовыми панелями с тонкими обшивками и относительно легким сотовым заполнителем. Для панелей с тяжелым или высокомодульным заполнителем (в том

числе в случаях, когда модули сдвига и изгиба заполнителя сопоставимы) формула не применима. Поэтому она позволяет эффективно оценивать величину прогиба образцов именно трехслойных сотовых панелей пола трех рассмотренных типов.

При известных значениях нагрузки при измерении прогиба (445 Н), расстояния между опорами (508 мм) и ширине образца (75 мм) для расчета прогиба достаточно знать высоту сотового заполнителя, его модуль при сдвиге и модуль упругости обшивки. При известных марках материалов эти данные легко получить в качестве справочных.

Следует отдельно упомянуть о требованиях к испытаниям на четырехточечный изгиб образцов после влагонасыщения, такие требования встречаются за рубежом и приводятся производителями панелей пола в соответствии со спецификацией BMS 4-20 с целью оценки влияния климатических факторов [27]. Влагонасыщение проводится в течение 30 дней при комнатной температуре и влажности 97 %. При этом измеряют только разрушающую нагрузку. При сравнении результатов испытаний до и после влагонасыщения потеря свойств по показателю разрушающей нагрузки составит:

- от 8 до 12 % в зависимости от типа панелей пола с обшивками из углепластика и сотового заполнителя марки Кевлар (данные для марки панелей Gillfloor 4809);
- от 16 до 17 % для панелей пола I и II типа с обшивками из стеклопластика и полимерного сотового заполнителя марки Кевлар (данные для марки панелей Gillfloor 4709).

Особенности методики испытаний на четырехточечный изгиб

Основная ошибка при проведении испытаний на четырехточечный изгиб возникает при измерении прогиба. Очевидно, что прогиб необходимо измерять в самой нижней точке образца при достижении заданной нагрузки (445 Н). Однако иногда можно встретить неправильную интерпретацию методики проведения испытаний, что приводит к некорректному определению значения прогиба. В частности, прогиб получают с учетом не абсолютного значения перемещения центральной точки образца, а перемещения траверсы испытательной машины в миллиметрах. Несмотря на очевидность такой ошибки, возникает необходимость подтвердить корректный вид измерений требованиями методики.

Как отмечено ранее, исходные требования к испытаниям представлены в спецификации BMS 4-17M (рис. 3), в п. 8.3.2 которой указано, что прогиб измеряют в центре образца. Кроме того, в п. 8.3.1 отмечено, что испытания проводятся в соответствии со стандартом ASTM C393, согласно п. 7.4 которого прогиб образца должен измеряться в центре между нижними опорами специально откалиброванным прибором с точностью ± 1 % или лучше. В примечании данного пункта четко указано (по-видимому, для рассмотренных случаев), что измерение прогиба с учетом перемещения траверсы испытательной машины или перемещения верхних нагружающих элементов приводит к некорректным результатам, особенно при испытании на четырехточечный изгиб. Так, например, для панелей пола I типа разница между значениями прогиба, полученными с использованием высотомера (штангенрейсмаса) и с учетом перемещения траверсы, может составлять $\sim (3-4)$ мм. В связи с этим необходимо обращать особое внимание на правильность соблюдения методики проведения испытаний.

Дополнительно следует отметить, что высота опор также имеет особое значение при испытании на изгиб. Несмотря на то что разработчики ВС устанавливают требования к высоте опор (150 мм), она может быть недостаточной для получения разрушающей нагрузки для некоторых типов материала обшивки и сотового заполнителя, так как известны случаи, когда прогиб образцов превышал это значение. Таким образом, образцы при испытании могут упираться в нижнюю часть испытательной машины, на которой расположены опоры, не достигнув при этом разрушения.

Заключения

Рассмотрены требования к испытаниям образцов панелей пола на трех- и четырехточечный изгибы ввиду отсутствия стандартов, относящихся именно к испытаниям панелей пола как элемента конструкции. Приведены схемы испытаний и требования разработчиков ВС к методике их проведения. Рассмотрены особенности расположения сотового заполнителя в образцах для испытаний относительно направлений клеевых полос.

Приведены требования разных разработчиков ВС к значениям показателей свойств, определяемых при четырехточечном изгибе образцов панелей пола, а также данные производителей панелей пола. Проведен их сравнительный анализ. Указаны основные нюансы в представлении информации производителями.

Рассмотрены особенности методики определения прогиба при проведении испытаний на четырехточечный изгиб и основные ошибки ее интерпретации.

Данная работа обобщает накопленный опыт испытаний образцов панелей пола на изгиб и дает развернутое представление всех аспектов, возникающих с момента формирования требований к показателям свойств при изгибе до получения результатов механических испытаний.

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

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. 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 (70). С. 122–144. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 08.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
3. Шершак П.В., Яковлев Н.О., Шокин Г.И., Куцевич К.Е., Попкова Е.А. Метод оценки и факторы, влияющие на качество склеивания обшивки с сотовым заполнителем в конструкциях пола и интерьера воздушных судов // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 81–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-81-88.
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. Комаров В.А., Куцевич К.Е., Павлова С.А., Тюменева Т.Ю. Оптимизация трехслойных сотовых панелей пола из полимерных композиционных материалов пониженной горючести на основе высокопрочных углеродных и стеклянных волокон и клеевого связующего // Вестник Самарского университета. Сер.: Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. 2020. Т. 19. № 3. С. 51–72. DOI: 10.18287/2541-7533-2020-19-3-51-72.
6. Ильющенков С.Ф., Батизат Д.В., Середута П.И. Разработка трехслойных сотовых панелей пола пассажирских самолетов из полимерных композитов // Полимерные материалы. 2025. № 3 (310). С. 14–21.
7. Михайлин Ю.А. Волокнистые полимерные композиционные материалы в технике. СПб.: Научные основы и технологии, 2023. 720 с.
8. Гиясов Б.И., Серегин Н.Г., Серегин Д.Н. Трехслойные панели из полимерных композиционных материалов: учеб. пособие. М.: Издательство АСВ, 2015. 64 с.
9. Михайлин Ю.А. Специальные полимерные композиционные материалы. СПб.: Научные основы и технологии, 2008. 660 с.
10. Характеристики сотовых заполнителей фирмы Hexcel // Hexcel. Composite materials and structures. URL: <https://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Honeycomb> (дата обращения: 08.11.2025).
11. Трехслойные сотовые панели пола фирмы Collins Aerospace // Collins Aerospace. URL: <https://www.collinsaerospace.com/what-we-do/industries/business-aviation/cabin/structures/honeycomb-panels> (дата обращения: 08.11.2025).

12. Шершак П.В., Шокин Г.И., Егоров В.Н. Технологические особенности производства трехслойных сотовых панелей пола воздушных судов // *Авиационная промышленность*. 2014. № 3. С. 34–42.
13. Технические требования. Панели трехслойные сотовые для изготовления пола воздушного судна RRJ-95. URL: <https://rostender.info/region/moskva-gorod/32180045-tender-dopolnenie-perechnya-postavshchikov-trehslujnyh-sotovyyh-panelej-pola-dlya-vs-semejstva-rj?ysclid=mf5qwacqiy574752643> (дата обращения: 08.11.2025).
14. Технические требования, предъявляемые к композитным панелям пола пассажирского салона, пола БГО, боковым панелям, перегородкам и потолкам БГО самолета MC21. URL: <https://tenmon.ru/1/31806547983> (дата обращения: 08.11.2025).
15. Баранников А.А., Вешкин Е.А., Постнов В.И., Стрельников С.В. К вопросу производства панелей пола из ПКМ для летательных аппаратов (обзорная статья) // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2017. Т. 19. № 4 (2). С. 198–213.
16. Ерасов В.С., Сибает И.Г. Схема разработки и оценки свойств конструкционных авиационных композиционных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 61–81. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 08.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
17. Сарычев И.А., Серкова Е.А., Хмельницкий В.В., Застрогина О.Б. Термореактивные связующие для материалов панелей пола летательных аппаратов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2019. № 7 (79). С. 26–33. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-26-33.
18. Стрельников С.В., Петухов В.И., Постнов В.И., Швеи Н.И. Новые решения в технологии изготовления препрегов для панелей интерьера // *Известия Самарского научного центра Российской академии наук*. 2011. Т. 13. № 4 (2). С. 498–507.
19. Старков А.И., Куцевич К.Е., Тюменева Т.Ю., Петрова А.П. Клеевые препреги пониженной горючести, предназначенные для изготовления интегральных и трехслойных сотовых конструкций авиационной техники // *Труды ВИАМ*. 2022. № 5 (111). С. 41–52. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-41-52.
20. Технические характеристики панелей пола фирмы The Gill Corporation // The Gill Corporation. URL: <https://www.thegillcorp.com/products/floor-panels/> (дата обращения: 08.11.2025).
21. Технические характеристики панелей пола фирмы AIM Altitude Ltd. URL: <https://www.yumpu.com/pt/document/view/52337885/aim-composites-ltd-flitelam-uns2-technical-data-lindberg-lund-as> (дата обращения: 08.11.2025).
22. Технические характеристики панелей пола фирмы Euro-Composites group // Euro-Composites group. URL: <https://www.euro-composites.com/en/portfolio/aviation/> (дата обращения: 08.11.2025).
23. Технические характеристики панелей пола фирмы Showa Aircraft Industry // Showa Aircraft Industry. URL: <https://www.showaircraft.com/product-category/honeycomb-panel/> (дата обращения: 08.11.2025).
24. Ерасов В.С., Сибает И.Г., Сутубалов А.И. Испытания образцов из трехслойных конструкций с сотовым наполнителем // *Труды ВИАМ*. 2025. № 10 (152). С. 133–155. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 08.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-133-155.
25. Шершак П.В., Куриленко Н.В., Косарев В.А. Влияние высоты полимерного сотового наполнителя на жесткость трехслойных сотовых панелей пола воздушных судов // *Авиационная промышленность*. 2016. № 2. С. 49–52.
26. Душин М.И., Ермолаев А.М., Катырев И.Я. и др. Углепластики в панелях пола трехслойной конструкции // *Авиационная промышленность*. 1978. № 6. С. 8–12.
27. 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.

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. 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: November 08, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
3. Shershak P.V., Yakovlev N.O., Shokin G.I., Kutsevich K.E., Popkova E.A. Evaluation method and factors influencing the bonding quality between face and honey-comb cores in floor and interior aircraft panels. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 81–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-81-88.
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. Komarov V.A., Kutsevich K.E., Pavlova S.A., Tyumeneva T.Yu. Optimization of three-layer honeycomb floor panels made of low-flammability polymer composite materials based on high-strength carbon and glass fibers and an adhesive binder. *Vestnik Samarskogo universiteta. Ser.: Aerokosmicheskaya tekhnika, tekhnologii i mashinostroyeniye*, 2020, vol. 19, no. 3, pp. 51–72. DOI: 10.18287/2541-7533-2020-19-3-51-72.
6. Ilyushenkov S.F., Batizat D.V., Sereduta P.I. Development of three-layer honeycomb floor panels for passenger aircraft made of polymer composites. *Polimernye materialy*, 2025, no. 3 (310), pp. 14–21.
7. Mikhailin Yu.A. *Fibrous polymer composite materials in engineering*. St. Petersburg: Scientific Foundations and Technologies, 2023, 720 p.
8. Giyasov B.I., Seregin N.G., Seregin D.N. *Three-layer panels made of polymer composite materials: a tutorial*. Moscow: ASV Publishing House, 2015, 64 p.
9. Mikhailin Yu.A. *Special polymer composite materials*. St. Petersburg: Scientific Foundations and Technologies, 2008, 660 p.
10. *Characteristics of Hexcel honeycomb cores*. Available at: <https://www.hexcel.com/Resources/DataSheets/Honeycomb> (accessed: November 08, 2025).
11. *Collins Aerospace's three-layer honeycomb floor panels*. Available at: <https://www.collinsaerospace.com/what-we-do/industries/business-aviation/cabin/structures/honeycomb-panels> (accessed: November 08, 2025).
12. Shershak P.V., Shokin G.I., Egorov V.N. Technological Features of the Production of Three-Layer Honeycomb Aircraft Floor Panels. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 2014, no. 3, pp. 34–42.
13. *Technical Requirements. Three-Layer Honeycomb Panels for the Manufacture of the RRJ-95 Aircraft Floor*. Available at: <https://rostender.info/region/moskva-gorod/32180045-tender-dopolnenie-perechnya-postavshchikov-trehslojnyh-sotovyyh-panelej-pola-dlya-vs-semejstvarrj?ysclid=mf5qwacqiy574752643> (accessed: November 08, 2025).
14. *Technical requirements for composite panels of the passenger cabin floor, the floor of the flight deck, side panels, partitions and ceilings of the flight deck of the MC21 aircraft*. Available at: <https://tenmon.ru/1/31806547983> (accessed: November 08, 2025).
15. Barannikov A.A., Veshkin E.A., Postnov V.I., Strelnikov S.V. On the issue of production of floor panels from polymer composite materials for aircraft (review article). *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiyskoy akademii nauk*, 2017, vol. 19, no. 4 (2), pp. 198–213.
16. Erasov V.S., Sibayev I.G. Scheme for the development and evaluation of properties of structural aviation composite materials. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 61–81. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 08, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
17. Sarychev I.A., Serkova E.A., Khmel'nitsky V.V., Zastrogina O.B. Thermosetting binders for aircraft floor panel materials (review). *Trudy VIAM*, 2019, no. 7 (79), pp. 26–33. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 08, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-26-33.

18. Strelnikov S.V., Petukhov V.I., Postnov V.I., Shvets N.I. New solutions in the technology of manufacturing prepregs for interior panels. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiyskoy akademii nauk*, 2011, vol. 13, no. 4 (2), pp. 498–507.
19. Starkov A.I., Kutsevich K.E., Tyumeneva T.Yu., Petrova A.P. Low-combustibility adhesive prepregs designed for the manufacture of integral and three-layer honeycomb structures aircraft technology. *Trudy VIAM*, 2022, no. 5 (111), pp. 41–52. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-5-41-52.
20. *Technical specifications of floor panels from The Gill Corporation*. Available at: <https://www.thegillcorp.com/products/floor-panels/> (accessed: November 08, 2025).
21. *Technical specifications for floor panels from AIM Altitude Ltd*. Available at: <https://www.yumpu.com/pt/document/view/52337885/aim-composites-ltd-flitelam-uns2-technical-data-lindberg-lund-as> (accessed: November 08, 2025).
22. *Technical characteristics of floor panels from Euro-Composites group*. Available at: <https://www.euro-composites.com/en/portfolio/aviation/> (accessed: November 08, 2025).
23. *Showa Aircraft Industry Floor Panel Specifications*. Available at: <https://www.showaaircraft.com/product-category/honeycomb-panel/> (accessed: November 08, 2025).
24. Erasov V.S., Sibayev I.G., Sutubalov A.I. Testing of samples from three-layer structures with honeycomb filler. *Trudy VIAM*, 2025, no. 10 (152), pp. 133–155. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 08, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-133-155.
25. Shershak P.V., Kurilenko N.V., Kosarev V.A. Influence of the height of the polymer honeycomb filler on the stiffness of three-layer honeycomb aircraft floor panels. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 2016, no. 2, pp. 49–52.
26. Dushin M.I., Ermolaev A.M., Katyrev I.Ya. et al. Carbon fiber reinforced plastics in floor panels of three-layer structure. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1978, no. 6, pp. 8–12.
27. 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.

Информация об авторах

Шершак Павел Викторович, заместитель начальника лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Яковлев Николай Олегович, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru
Баранников Александр Александрович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Pavel V. Shershak, Deputy Head of Laboratory, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Nikolay O. Yakovlev, Head of Laboratory, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru
Alexander A. Barannikov, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 23.12.2025.

The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 23.12.2025.

Научная статья

УДК 661.657.5

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-174-185

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НИТРИДА БОРА BN В КОМПОЗИЦИОННЫХ ПОРОШКОВЫХ МАТЕРИАЛАХ С ПОМОЩЬЮ МЕТОДА АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

Р.М. Дворецков¹, Ф.Н. Карачевцев¹, Н.П. Бурковская¹, К.В. Савина¹

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

Аннотация. *Растущее использование порошка нитрида бора для изготовления покрытий привело к возникновению потребности в его количественном определении в составе промышленных материалов – в композиционных порошках для получения прирабатываемых покрытий газотурбинных двигателей. В данной работе предложена методика определения нитрида бора в композиционных прирабатываемых покрытиях методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой с двумя вариантами предварительной пробоподготовки: сплавление с гидроксидом натрия и автоклавное разложение в кислотах.*

Ключевые слова: нитрид бора, композиционные материалы, прирабатываемые покрытия, истираемые покрытия, химический анализ, аналитический контроль, атомно-эмиссионная спектроскопия, индуктивно связанная плазма, сплавление, микроволновое разложение

Для цитирования: Дворецков Р.М., Карачевцев Ф.Н., Бурковская Н.П., Савина К.В. Определение нитрида бора BN в композиционных порошковых материалах с помощью метода атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 174–185. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-174-185.

Scientific article

DETERMINATION OF BORON NITRIDE BN IN COMPOSITE POWDER MATERIALS USING INDUCTIVELY COUPLED PLASMA ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY

R.M. Dvoretzky¹, F.N. Karachevtsev¹, N.P. Burkovskaya¹, K.V. Savina¹

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 growing use of boron nitride powder for the manufacture of coatings has led to the need for its quantitative determination in the composition of industrial materials – in composite powders for the production of run-in coatings for gas turbine engines. In this paper, a method is proposed for the determination of boron nitride in composite coatings by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry with two pre-sample preparation options: fusion with sodium hydroxide and autoclave decomposition in acids.*

Keywords: boron nitride, composite materials, workable coatings, abrasion coatings, chemical analysis, analytical control, atomic emission spectroscopy, inductively coupled plasma, fusion, microwave decomposition

For citation: Dvoretzskov R.M., Karachevtsev F.N., Burkovskaya N.P., Savina K.V. Determination of boron nitride BN in composite powder materials using inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 174–185. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-174-185.

Введение

Истираемые материалы с нитридом бора BN в двигателестроении

Текущие потребности авиастроения определяют направления научно-исследовательских работ в этой области при создании новых материалов с требуемым уровнем физико-механических свойств [1]. Одно из таких направлений – разработка истираемых уплотнительных материалов или покрытий, в составе которых присутствует нитрид бора BN [2].

Нитрид бора (BN, азотистый бор, мононитрид бора) обладает отличной теплопроводностью, термостойкостью, высокотемпературной стабильностью и высокой механической прочностью; нетоксичен, подходит для использования в агрессивной среде, химически инертен, не взаимодействует с рядом химических реагентов, а также не смачивается многими расплавленными металлами, кроме того обладает хорошими антифрикционными свойствами за счет слоистой структуры. Неудивительно, что благодаря набору своих уникальных свойств соединение BN находит широкое применение в различных областях промышленности, и часто применяется как «твердая» смазка, в том числе в авиационном двигателестроении [3, 4].

Истираемые уплотнительные материалы могут представлять собой порошковые композиционные материалы из металлической матрицы на никелевой, кобальтовой, медной или алюминиевой основе с распределенными в ней твердыми смазками – графитом или гексагональным нитридом бора (или их смесью), а также специальными металлическими или неметаллическими добавками и присадками [5].

Поиск и разработка эффективного уплотнения радиальных зазоров проточного тракта газотурбинного двигателя ведутся довольно давно. Это направление – очень важное, поскольку система уплотнения существенно влияет на расход топлива и срок службы дорогостоящих лопаток турбины и компрессора двигателя.

Главная задача при создании такого уплотнительного материала (вернее, порошковой композиции или порошкового композиционного материала, который в дальнейшем наносится как покрытие) – материал должен работать при экстремально высокой рабочей температуре и при контактном взаимодействии ротора и статора, а жаростойкость материала должна сочетаться с его хорошей эрозионной стойкостью.

Один из первых таких технологичных и эффективных композиционных материалов создавался длительное время, в результате этого разработан уплотнительный материал марки 20Б, который использовали при рабочих температурах до 600 °С, – это гранулированный порошок на основе Ni, содержащий ~15 % (по массе) BN, а также SiO₂, Cu и графит [6].

Затем разработаны легкосрабатываемые материалы на основе Al (порошок марки АНБ и его модификации), который применяется в качестве покрытий, работающих до температур 450–550 °С, его исходные гранулы содержат ~20 % (по массе) BN, а также SiO₂ [7].

Порошки типа УВС представляют собой смесь компонентов: основа – Ni, ~20 % (по массе) BN, добавки SiO₂, а также графит, CuO и CdO [8].

Для повышения эффективности работы турбин также применяются антифрикционные ленточные уплотнительные материалы, которые представляют собой композиции из матрицы на никелевой или хромовой основе, содержащие до ~15 % (объемн.) частиц твердой смазки в виде BN (Нибон-20) [9, 10].

Промышленная технология получения истираемых покрытий может включать такие стадии, как приготовление шихты; возможно, прокатку ленты; спекание или горячую прокатку с целью плакирования основного порошкового материала компактными жаропрочными подложками; непосредственно нанесение покрытий на детали и др. Используемые порошки являются достаточно дорогостоящими материалами, а используются они для того, чтобы защитить и продлить срок службы еще более дорогостоящих деталей двигателей, компрессоров и другой техники. При этом возникает необходимость аналитического контроля содержания BN и других компонентов в подобных материалах [11].

Необходимо отметить, что соединение BN может существовать в виде нескольких полиморфных модификаций: гексагональной α -BN (или h -BN), кубической β -BN (или c -BN), плотноупакованной гексагональной ω -BN, аморфной (некристаллической) формы, наноформы нитрида бора. При этом разные полиморфные модификации BN существенно различаются по физическим и химическим свойствам: несмотря на одинаковый химический состав, разница в кристаллической структуре приводит к заметной вариативности реакционной способности, устойчивости и т. д. [12–14].

Модификация h -BN устойчива к окислению кислородом до температуры $\sim 700^\circ\text{C}$, не реагирует с большинством кислот и расплавов металлов, медленно разлагается в горячих концентрированных щелочах с выделением аммиака. Модификация c -BN обладает еще более высокой химической стойкостью благодаря более прочным связям, чем у модификации h -BN: не растворяется в железе при нагреве, устойчива к окислению до температуры $\sim 1200^\circ\text{C}$, реагирует только с сильными окислителями при высоких температурах. Реакционная способность аморфных и наноструктур нитрида бора выше, чем у кристаллических модификаций, из-за неоднородности и большой удельной поверхности таких материалов.

В технологиях получения истираемых уплотнительных материалов, как правило, используют BN с гексагональной графитоподобной кристаллической решеткой (h -BN). Однако порошок гексагонального BN может содержать примеси других полиморфных модификаций нитрида бора.

Выбор методов анализа

В технической документации на материал АНБ предложен метод анализа, который заключается в определении BN и SiO_2 с помощью одной навески путем гравиметрического выделения этих компонентов из навески порошка и последующей отгонки SiO_2 из смеси в виде летучего фторида.

В технической документации на материал УВС предложен метод анализа, который заключается в определении нитрида бора титриметрическим методом. Бор отделяют от никеля углекислым натрием в присутствии хлористого бария. Борную кислоту выделяют из раствора глицерином и оттитровывают раствором гидроксида натрия в присутствии индикатора фенолфталеина.

Упомянутые методы химического анализа относятся к классическим методам, которые часто называют методами «мокрой химии». Они не требуют специального оборудования, имеют продолжительную историю применения и хорошо зарекомендовали себя как надежные и точные методы анализа. Однако эти методы анализа требуют высокой квалификации оператора и точного выполнения большого количества операций с использованием различных реактивов [15]. Каждая методика позволяет определять концентрацию только одного конкретного элемента или соединения. В условиях современного серийного промышленного производства использование классических методов анализа часто неприемлемо из-за их длительности, высокой трудоемкости и ограничения методик измерений по элементам и уровням концентраций [16].

Альтернативой является применение современных инструментальных элементных методов анализа, которые позволяют сократить трудоемкость и проводить определение сразу нескольких элементов одновременно [17]. При этом с использованием методов многоэлементного анализа и несложных вычислений при обработке данных можно пересчитать концентрацию бора на концентрацию нитрида бора.

В аналитическом контроле многокомпонентных металлургических материалов широко используются следующие методы: искровой или лазерный атомно-эмиссионный анализ (ИАЭС, ЛАЭС), рентгенофлуоресцентный анализ, атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (АЭС ИСП) [18]. Рассмотрим особенности упомянутых методов анализа и возможности их применения к порошковым материалам.

Для ИАЭС и ЛАЭС нужны твердые монолитные образцы определенного размера (цилиндры размером $\sim(30 \times 30)$ мм). Анализ порошков иногда возможен при запрессовке исследуемых материалов в смолу, однако это может отразиться на точности определения и существенно увеличивает трудоемкость. При этом для градуировки нужны стандартные образцы (СО), максимально близкие по составу и структуре к исследуемым образцам. Стандартные образцы материалов истираемых покрытий отсутствуют – как в виде порошков, так и в виде запрессованных в смолу таблеток, либо уже спеченных покрытий. Разработка таких СО – это отдельная сложная технологическая задача.

Рентгенофлуоресцентный анализ порошков возможен, однако этот метод имеет ограничения по определению легких элементов (бора, азота, кислорода, углерода), содержащихся в большом количестве в истираемых покрытиях. Как упомянуто ранее, СО композиционных порошковых материалов для нанесения покрытий, нужные для градуировки и контроля правильности анализа, отсутствуют.

При применении метода АЭС ИСП обязательно требуется перевод пробы в раствор, при этом возможно использование СО сплавов, близких по составу, либо вообще можно обойтись без СО и контролировать правильность анализа с помощью модельных растворов.

Анализ методом АЭС ИСП позволяет определить Ni, Al, B, Si, Cd, Cu, а при необходимости и многие другие элементы в композиционных порошках и пересчитать их концентрации на соответствующие соединения (BN, SiO₂, CuO, CdO и др.).

При воздействии на композиционные порошковые материалы типа АНБ, УВС и другие минеральными кислотами, пробы могут лишь частично взаимодействовать со смесью кислот, так как соединения BN и SiO₂ (вследствие своей инертности) при нормальных условиях либо реагируют очень медленно, либо вообще не вступают в реакции с кислотами. Полнота вскрытия проб зависит от элементного и компонентного состава материала, а также уровня концентраций веществ, используемых для растворения реагентов и условий.

Процедуры пробоподготовки металлических материалов на основе никеля и алюминия описаны в научно-технической литературе [19, 20], а процесс перевода в раствор диоксида кремния рассмотрен в работе [21]. При этом для определения массовой доли графита (углерода), а при необходимости и азота потребуются использовать другие методы анализа, например метод инфракрасной спектроскопии (инфракрасно-абсорбционный), и соответствующие приборы – газоанализаторы [22].

Вскрытие проб нитрида бора и содержащих его материалов частично освещено в научно-технических источниках, однако данный вопрос требует дополнительного рассмотрения в контексте оптимизации пробоподготовки для авиационных композиционных порошковых материалов типа 20Б, УВС и др., а также последующего их анализа методом АЭС ИСП.

В данной статье авторами рассматривается только количественное определение нитрида бора на примере композиционных порошковых материалов для нанесения покрытий типа 20Б, УВС, КНА, АНБ, УМБ и др.

Цель данной работы – разработка и опробование методики определения нитрида бора в композиционных материалах типа 20Б, АНБ, УВС и др. методом АЭС ИСП, а также выбор способа перевода проб в удобное для анализа состояние.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 2.1. «Фундаментально-ориентированные исследования» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [23].

Материалы и методы

Для растворения проб использовали систему микроволновой пробоподготовки (МВПП). Навески BN по 0,1 г растворяли с использованием соляной (HCl), азотной (HNO₃) и фтористоводородной (HF) кислот (ос.ч.). Для сплавления проб использовали муфельную печь, гидроксид натрия (NaOH, ч.д.а) и пироксернистый калий (K₂S₂O₇, ч.д.а). Для хранения растворов применяли колбы из полипропилена объемом 100 мл. Общая концентрация анализируемых растворов составляла 1 г/л.

Измерение аналитического сигнала проводили на атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой с аксиальным обзором плазмы с использованием следующих рабочих параметров прибора: мощность плазмы 1,2 кВт; расход плазмообразующего потока газа 1 л/мин; расход газа, подаваемого на распылитель, 0,7 л/мин. Применяли газ аргон марки ВЧ чистотой 99,998 % (объемн.). Продолжительность измерения аналитического сигнала составляла 15 с (5 реплик по 3 с).

При измерении аналитического сигнала использовали инертную к воздействию щелочи и фтористоводородной кислоты пластиковую систему распыления растворов.

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

Результаты и обсуждение

Для того чтобы убедиться, что в составе рабочих проб порошков истираемых покрытий присутствует именно гексагональный нитрид бора, проведено рентгенодифракционное исследование исходного порошка нитрида бора, использованного для изготовления рабочих партий композиционных порошковых материалов АНБ и УВС (рис. 1). Исходя из дифрактограммы, порошок соответствует гексагональному нитриду бора. Таким образом, применимость предложенной далее методики для материалов, содержащих кубический нитрид бора, в данной работе не рассматривалась.

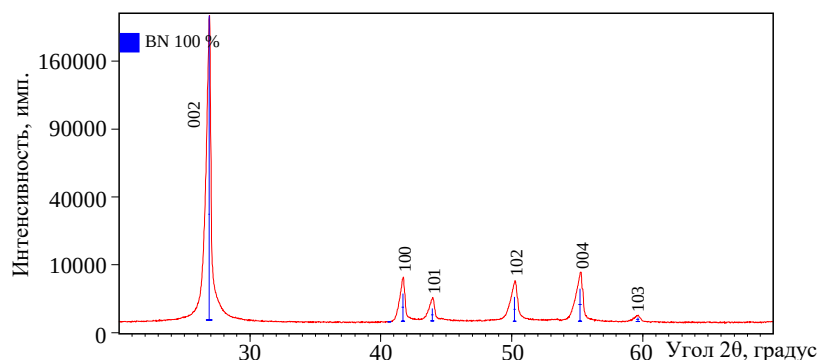


Рис. 1. Результаты рентгенодифракционного исследования исходного порошка нитрида бора

Проанализированы данные из научно-технических литературных источников [24–26], описывающих условия вскрытия проб соединений бора, нитрида бора и содержащих его материалов, которые представлены в табл. 1.

Таблица 1

Условия вскрытия проб соединений бора

Реагенты	Условия
BN (навеска 0,25 г) + 15 мл 20–30-ной % HF	Автоклав с магнитной мешалкой, покрытый политетрафторэтиленом, при температуре 150 °С в течение 4 ч
BN + Cl	Хлорирование при температуре 800 °С
BN (навеска 0,1–0,15 г) + 1,5 г CaO или BaCO ₃	Сплавление в печи при температуре ~ (700–900) °С, никелевый/железный тигель
BN + смесь NiO с NaKCO ₃	
BN (навеска 0,2 г) + 10 г LiOH·2H ₂ O (или NaOH)	
Кристаллический бор, борид титана, карбид бора B ₄ C + K ₂ S ₂ O ₇	

В сборнике [27] упоминаются методы, основанные на разложении нитрида бора с щелочами в железной трубке при температурах 400–450 °С, а также сплавление в железном тигле со смесью щелочи и перекиси натрия с последующим многостадийным способом отделения мешающих элементов и титриметрическим определением бора.

В работе [28] представлен аналитический метод для «быстрого» определения примеси BN в порошке аморфного бора. Разложение проводили с помощью нескольких кислот и их смесей с использованием микроволнового разложения в закрытом сосуде: выдержка при температурах до 200 °С в течение 10 мин при малом объеме реагентов – до 3 мл: H₂SO₄ (98 %), HNO₃ (68–70 %), HF (40 %) + H₂SO₄, HF (40 %) + HNO₃, HF (40 %) и HF (48 %), а полное разложение чистого BN до фторбората аммония (NH₄BF₄) наблюдалось только при использовании кислоты HF и смеси кислот (HF + HNO₃). Кроме того, упоминается разложение BN сплавлением с карбонатом натрия (Na₂CO₃). Степень разложения при различных температурах контролировали и изучали путем определения содержания бора с помощью метода АЭС ИСП и ионов аммония с помощью ионной хроматографии.

Резюмируя способы разложения соединения BN, представленные в научно-технической литературе, можно выделить три направления: разложение с использованием фтористоводородной кислоты, хлорирование при нагреве и сплавление с соединениями щелочных металлов или непосредственно с щелочами.

Для уточнения оптимальных условий пробоподготовки шихтовых композиционных порошков АНБ (основа – Al, содержание BN по нормативной документации (НД) составляет ~(15–25) % (по массе)) и УВС (основа – Ni, содержание BN по НД составляет ~(10–20) % (по массе)) провели эксперименты с разложением рабочих проб в системе МВПП в смеси кислот HNO₃ и HF в муфельной печи с NaOH и K₂S₂O₇. От хлорирования при высокой температуре решили отказаться в виду сложности организации процесса при большом количестве рабочих проб.

После перевода проб порошков УВС и АНБ в раствор в колбах можно видеть нерастворившуюся графитную фракцию, которая в течение 2–3 ч осаждается на дно и не мешает дальнейшему анализу.

На атомно-эмиссионном спектрометре с индуктивно связанной плазмой проводили измерение интенсивности эмиссии атомов бора на следующих длинах волн:

182,577; 249,678 и 249,772 нм – свободных от значимых спектральных помех. Затем полученные значения концентрации бора пересчитывали на нитрид бора. Контроль правильности результатов анализа осуществляли с помощью модельных растворов. Результаты экспериментов по разложению порошков АНБ и УВС представлены в табл. 2 и 3 соответственно.

Таблица 2

Результаты экспериментов по разложению проб порошка АНБ
(при $n = 3$; $P = 0,95$; табличном значении коэффициента Стьюдента $t_{\text{табл}} = 4,3$)

Условия разложения*	Массовая доля BN $\pm$ абсолютная погрешность, %
МВПП, 5 мл H ₂ O + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 100 °С, 3 ч	2,7 $\pm$ 1,6
МВПП, 5 мл H ₂ O + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	15,6 $\pm$ 3,3
МВПП, 5 мл HCl + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	16,9 $\pm$ 2,0
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 160 °С, 1 ч	4,9 $\pm$ 2,1
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	18,1 $\pm$ 0,6
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 190 °С, 1 ч	18,4 $\pm$ 0,5
Сплавление в муфеле с K ₂ S ₂ O ₇ (4 г), при 600 °С, 2 ч	4,4 $\pm$ 1,7
Сплавление в муфеле с K ₂ S ₂ O ₇ (2 г), при 600 °С, 2 ч	4,7 $\pm$ 1,9
Сплавление в муфеле с NaOH (4 г), при 600 °С, 2 ч	18,4 $\pm$ 0,3
Сплавление в муфеле с NaOH (2 г), при 600 °С, 2 ч	18,8 $\pm$ 0,7
Метод гравиметрии	18,8 $\pm$ 1,0

* Приведено общее время нагрева и выдержки при указанной температуре.
Примечание. МВПП – микроволновая пробоподготовка.

Таблица 3

Результаты экспериментов по разложению проб порошка УВС
(при $n = 3$; $P = 0,95$; табличном значении коэффициента Стьюдента $t_{\text{табл}} = 4,3$)

Условия разложения*	Массовая доля BN $\pm$ абсолютная погрешность, %
МВПП, 5 мл H ₂ O + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 100 °С, 3 ч	3,0 $\pm$ 1,2
МВПП, 5 мл H ₂ O + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	13,1 $\pm$ 2,1
МВПП, 5 мл HCl + 2,5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	13,4 $\pm$ 1,6
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 160 °С, 1 ч	14,8 $\pm$ 4,3
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 180 °С, 1 ч	16,9 $\pm$ 1,0
МВПП, 5 мл HNO ₃ + 5 мл HF, при 190 °С, 1 ч	16,9 $\pm$ 0,8
Сплавление в муфеле с K ₂ S ₂ O ₇ (4 г), при 600 °С, 2 ч	3,2 $\pm$ 2,3
Сплавление в муфеле с K ₂ S ₂ O ₇ (2 г), при 600 °С, 2 ч	2,3 $\pm$ 1,2
Сплавление в муфеле с NaOH (4 г), при 600 °С, 2 ч	17,5 $\pm$ 0,5
Сплавление в муфеле с NaOH (2 г), при 600 °С, 2 ч	17,7 $\pm$ 0,7
Метод гравиметрии	17,2 $\pm$ 0,7

* Приведено общее время нагрева и выдержки при указанной температуре.
Примечание. МВПП – микроволновая пробоподготовка.

Во всех экспериментах использовали одинаковую навеску 0,1 г композиционных порошковых материалов из одной партии АНБ и УВС. При этом в каждом эксперименте использовали по три параллельных пробы, в которых усреднялись результаты определения массовой доли BN (табл. 2 и 3). После сплавления проб с гидроксидом натрия и пироксернокислым калием плавы растворяли в горячей воде.

Судя по полученным данным, полный переход бора в раствор в системе МВПП происходит только при жестких условиях – больше концентрация кислот, выше температура. При этом у многих промышленных систем МВПП, предназначенных для разложения металлических материалов, предельная рабочая температура нагрева $<200\text{ }^{\circ}\text{C}$ и постоянная работа при режимах, близких к максимальной температуре, может приводить к преждевременному износу автоклавов и самого оборудования.

Следует отметить, что в свою очередь сплавление в муфеле с едким натром и последующий анализ растворов с повышенным содержанием NaOH, а также с повышенным содержанием HF в случае растворения в системах МВПП, могут приводить к повреждению даже химически стойкого стекла из которого изготавливают распылительные системы спектрометров для метода АЭС ИСП (распылитель, распылительная камера, горелка). В этом случае рекомендуется использовать инертную к NaOH и HF распылительную систему из специального химически стойкого пластика и горелку с корундовым сердечником.

Результаты определения соединения BN, полученные при использовании максимально жестких условий системы МВПП, при сплавлении в муфеле с NaOH хорошо сходятся с результатами гравиметрического метода, при этом сплавление с NaOH – наиболее выгодный способ пробоподготовки, потому что не требует дополнительного оборудования и менее трудоемкий по сравнению с гравиметрией.

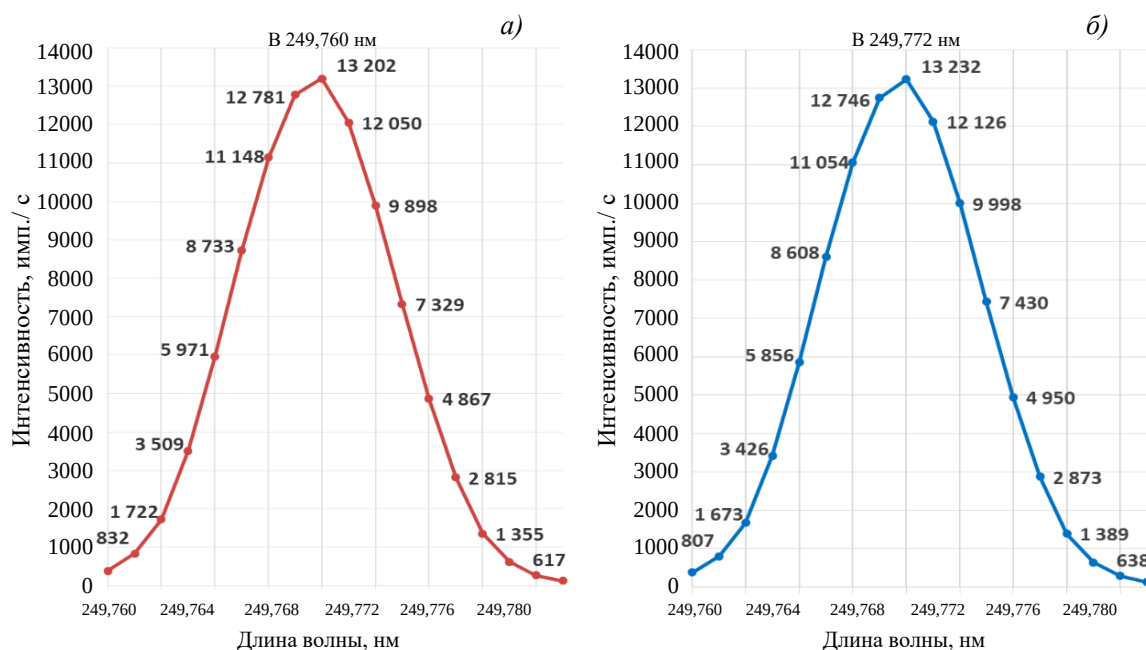


Рис. 2. Вид спектров вблизи аналитической линии бора 249,772 нм, полученных при измерении модельных растворов с NaOH (а) и без NaOH (б)

Из литературных научно-технических источников известно, что большие концентрации щелочных металлов депрессируют аналитические сигналы других элементов в индуктивно связанной плазме. Авторы данной работы показали, что возможно провести успешное разложение порошков АНБ и УВС в количестве 0,1 г с использованием 1,5–2 г NaOH. При дальнейшем разбавлении исходного раствора в 25 раз концентрация NaOH в анализируемом растворе оказывается $<0,8\text{ г/л}$, что существенно не влияет на сигнал аналитических линий бора и в конечном счете – на результаты определения нитрида бора в порошках УВС и АНБ. Для подтверждения этого измерены

интенсивности бора в модельных растворах, содержащих только 0,01 г/л В + соответствующие шихте АНБ и УВС количества Si, Al или Ni, и в таких же растворах, но с добавкой 1 г/л NaOH, при этом существенных изменений интенсивности аналитического сигнала не выявлено (рис. 2).

Заключения

Предложена методика определения содержания гексагонального нитрида бора в композиционных истираемых материалах методом АЭС ИСП с двумя вариантами предварительной пробоподготовки: сплавление с гидроксидом натрия в муфельной печи и последующим растворением плава в горячей воде и автоклавное растворение в смеси кислот (азотной и фтористоводородной в соотношении 1:1) в системе микроволнового разложения. Выбраны аналитические линии бора свободные от спектральных помех. Показано отсутствие существенного влияния NaOH на аналитический сигнал бора при их концентрациях 1 и 0,01 г/л соответственно.

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.
2. Мигунов В.П., Фарафонов Д.П., Деговец М.Л., Ступина Т.И. Уплотнительные материалы для проточного тракта ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2012. № S. С. 94–97.
3. Турченко М.В., Лебедева Ю.Е., Прокофьев В.А., Житнюк С.В. Исследование влияния нитрида бора на механическую обрабатываемость керамического материала системы SiC–ZrB₂ // Труды ВИАМ. 2024. № 2 (132). С. 57–66. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 03.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-57-66.
4. Воронов В.А., Чайникова А.С., Лебедева Ю.Е., Житнюк С.В. Получение, физико-механические и триботехнические свойства горячепрессованного углерод-керамического композиционного материала на основе карбида кремния // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 2 (67). С. 74–84. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 03.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-74-84. DOI 10.18577/2713-0193-2022-0-2-74-84.
5. Живушкин А.А., Полянский С.Б., Тихомирова Е.А. и др. Применяемые и перспективные уплотнительные материалы в изделиях АО «ОДК-Климов» // Мат. XI Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» «Физико-механические испытания, прочность, надежность, высокотемпературные испытания». М.: ВИАМ, 2019. С. 429–438.
6. Фарафонов Д.П., Мигунов В.П., Сараев А.А., Лещев Н.Е. Истираемость и эрозионная стойкость уплотнительных материалов проточной части ГТД // Труды ВИАМ. 2018. № 8 (68). С. 70–80. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-70-80.
7. Фарафонов Д.П., Лещев Н.Е., Афанасьев-Ходыкин А.Н., Артеменко Н.И. Абразивно-износостойкие материалы для уплотнений проточной части ГТД // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 3 (56). С. 67–74. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-67-74.
8. Истираемое уплотнительное покрытие (рабочая температура до 800 °С): пат. 2791541С1 Рос. Федерация; заявл. 27.06.22; опубл. 09.03.23.
9. Мальцев И.М., Гетмановский Ю.А. Получение и свойства проката из плакированных порошков НПП-80 и Нибон-20 // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2023. Т. 17. № 1. С. 5–11. DOI: 10.17073/1997-308X-2023-1-5-11.
10. Спеченный уплотнительный материал для газотурбинных двигателей: пат. 2699340С2 Рос. Федерация; заявл. 18.12.17; опубл. 04.09.19.
11. Карпов Ю.А., Барановская В.Б. Аналитический контроль – неотъемлемая часть диагностики материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2017. Т. 83. № 1. С. 5–12.

12. Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ. М.: Химия, 2000. 480 с.
13. Курдюмов А.В., Пилянкевич А.Н., Шульман Л.А. и др. Полиморфные модификации углерода и нитрида бора: справ. М.: Металлургия, 1994. 318 с.
14. Ряшенцев Д.С. Структура и электронные свойства новых полиморфных разновидностей нитрида бора: дис. ... канд. физ.-мат. наук. Челябинск, 2023. 148 с.
15. Карпов Ю.А., Барановская В.Б. Проблемы стандартизации методов химического анализа в металлургии // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2019. Т. 85. № 1–2. С. 5–14.
16. Барановская В.Б., Медведевских М.Ю., Карпов Ю.А. Актуальные проблемы качества химического анализа // Аналитика и контроль. 2021. Т. 25. № 4. С. 273–279. DOI: 10.15826/analitika.2021.25.4.005.
17. Отто М. Современные методы аналитической химии: в 2 т. / пер. с нем. под ред. А.В. Гармаша. М.: Техносфера, 2003. 416 с.
18. Лепилина М.Ю., Якубенко Е.В., Ермолаева Т.Н., Барановская В.Б. Разработка методики рентгенофлуоресцентного анализа цинк-алюминий-магниевого сплавов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2024. Т. 90. № 2. С. 5–11. DOI: 10.26896/1028-6861-2024-90-2-5-11.
19. Дворецков Р.М., Славин А.В., Летов А.Ф., Карачевцев Ф.Н. Определение микродобавок редкоземельных металлов и Ca, Mg, V, Zr, Hf в никелевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии // Журнал аналитической химии. 2020. Т. 75. № 8. С. 682–691. DOI: 10.31857/S004445022008006X.
20. Карачевцев Ф.Н., Дворецков Р.М., Загвоздкина Т.Н. Определение серебра в алюминиевых сплавах методом атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). С. 143–152. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 03.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-143-152.
21. Суриков В.Т. Кислотное растворение кремния и его соединений для анализа методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой // Аналитика и контроль. 2008. Т. 12. № 3–4. С. 93–100.
22. Дульнев К.В., Севальнев Г.С., Пахомкина Т.Н., Бузенков А.В. Исследование изменения микроструктуры, размера зерна и концентрации азота в зависимости от температуры термической обработки высокопрочной конструкционной высокоазотистой стали // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 3 (80). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-3-14.
23. 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.
24. Немодрук А.А., Каралова З.К. Аналитическая химия бора. М.: Наука, 1964. 285 с.
25. Бок Р. Методы разложения в аналитической химии. М.: Химия, 1984. 432 с.
26. Негина В.Р., Козырева Э.А., Дегтярева О.Ф. и др. Анализ бора, его соединений и пресс-композиций: практическое руководство. М.: Атомиздат, 1978. 92 с.
27. Васильева М.Г., Лалыкина В.М., Махарашвили Н.А. и др. Анализ бора и его неорганических соединений / под ред. Е.Е. Барони. М.: Атомиздат, 1965. 268 с.
28. Yadav A., Bulakh N., Gupta A. et al. Rapid determination of impurity of boron nitride in amorphous boron powder using inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) and ion chromatography (IC) // Analytical Methods. 2017. Vol. 9. No. 21. P. 3141–3150. DOI: 10.1039/c7ay00140a.

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. Migunov V.P., Farafonov D.P., Degovets M.L., Stupina T.I. Sealing materials for flowing path of GTE. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. 5, pp. 94–97.
3. Turchenko M.V., Lebedeva Yu.E., Prokofiev V.A., Zhitnyuk S.V. Investigation of the boron nitride effect on the machinability of SiC–ZrB₂ system ceramic material. *Trudy VIAM*, 2024, no. 2 (132), pp. 57–66. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 03, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-57-66.
4. Voronov V.A., Chainikova A.S., Lebedeva Yu.E., Zhitnyuk S.V. Production, physico-mechanical and tribotechnical properties of hot-pressed carbon-ceramic composite material on the basis of silicon carbide. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 74–84. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 03, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-74-84.
5. Zhivushkin A.A., Polyansky S.B., Tikhomirova E.A. et al. Applied and promising sealing materials in the products of JSC «UEC-Klimov». *Proc. XI All-Rus. Conf. on Testing and Research of Material Properties «TestMat» «Physical and Mechanical Testing, Strength, Reliability, High-Temperature Testing»*. Moscow: VIAM, 2019, pp. 429–438.
6. Farafonov D.P., Migunov V.P., Sarayev A.A., Leshchev N.E. Abradability and erosion resistance of seals in turbine engine air-gas channel. *Trudy VIAM*, 2018, no. 8 (68), pp. 70–80. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 02, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-70-80.
7. Farafonov D.P., Leshchev N.E., Afanasiev-Khodykin A.N., Artemenko N.I. Abrasive wear-resistant seal materials of the gas turbine engine flow section. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 67–74. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-67-74.
8. *Abrasion-resistant sealing coating (operating temperature up to 800°C)*: pat. 2791541C1 Rus. Federation; appl. 27.06.22; publ. 09.03.23.
9. Maltsev I.M., Getmanovsky Yu.A. Production and properties of rolled products from clad powders NPG-80 and Nibon-20. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Poroshkovaya metallurgiya i funktsionalnye pokrytiya*, 2023, vol. 17, no. 1, pp. 5–11. DOI: 10.17073/1997-308X-2023-1-5-11.
10. *Sintered sealing material for gas turbine engines*: pat. Rus. Federation; appl. 18.12.17; publ. 04.09.19.
11. Karpov Yu.A., Baranovskaya V.B. Analytical Control – an Integral Part of Materials Diagnostics. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2017, vol. 83, no. 1, pp. 5–12.
12. Lidin R.A., Molochko V.A., Andreeva L.L. *Chemical Properties of Inorganic Substances*. Moscow: Khimiya, 2000, 480 p.
13. Kurdyumov A.V., Pilyankevich A.N., Shulman L.A. et al. *Polymorphic Modifications of Carbon and Boron Nitride*: Reference Book. Moscow: Metallurgiya, 1994, 318 p.
14. Ryashentsev D.S. *Structure and Electronic Properties of New Polymorphic Varieties of Boron Nitride*: thesis, Cand. Sc. (Phys.&Math.). Chelyabinsk, 2023, 148 p.
15. Karpov Yu.A., Baranovskaya V.B. Problems of standardization of chemical analysis methods in metallurgy. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2019, vol. 85, no. 1–2, pp. 5–14.
16. Baranovskaya V.B., Medvedevskikh M.Yu., Karpov Yu.A. Actual problems of the quality of chemical analysis. *Analitika i kontrol*, 2021, vol. 25, no. 4, pp. 273–279. DOI: 10.15826/analitika.2021.25.4.005.
17. Otto M. *Modern methods of analytical chemistry*: in 2 vols. Trans. from Germ. Ed. A.V. Garmash. Moscow: Tekhnosfera, 2003, 416 p.
18. Lepilina M.Yu., Yakubenko E.V., Ermolaeva T.N., Baranovskaya V.B. Development of a method for X-ray fluorescence analysis of zinc-aluminum-magnesium alloys. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2024, vol. 90, no. 2, pp. 5–11. DOI: 10.26896/1028-6861-2024-90-2-5-11.
19. Dvoretsov R.M., Slavin A.V., Letov A.F., Karachevtsev F.N. Determination of trace elements of rare earth metals and Ca, Mg, V, Zr, Hf in nickel alloys by atomic emission spectrometry. *Zhurnal analiticheskoy khimii*, 2020, vol. 75, no. 8, pp. 682–691. DOI: 10.31857/S004445022008006X.
20. Karachevtsev F.N., Dvoretsov R.M., Zagvozdkina T.N. Determination of silver in aluminum alloys by atomic emission spectrometry with inductively coupled plasma. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), pp. 143–152. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 03, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-143-152.

21. Surikov V.T. Acid dissolution of silicon and its compounds for analysis by inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analitika i kontrol*, 2008, vol. 12, no. 3–4, pp. 93–100.
22. Dulnev K.V., Sevalnev G.S., Pahomkina T.N., Buzenkov A.V. Study of changes in microstructure, grain size and nitrogen concentration depending on heat treatment temperature of high-strength structural high-nitrogen steel. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-3-14.
23. 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.
24. Nemodruk A.A., Karalova Z.K. *Analytical Chemistry of Boron*. Moscow: Nauka, 1964, 285 p.
25. Bock R. *Decomposition Methods in Analytical Chemistry*. Moscow: Khimiya, 1984, 432 p.
26. Negin V.R., Kozyreva E.A., Degtyareva O.F. et al. *Analysis of Boron, Its Compounds, and Press Compositions: A Practical Guide*. Moscow: Atomizdat, 1978, 92 p.
27. Vasilyeva M.G., Lalykina V.M., Makharashvili N.A. et al. *Analysis of Boron and Its Inorganic Compounds*. Ed. by E.E. Baroni. Moscow: Atomizdat, 1965, 268 p.
28. Yadav A., Bulakh N., Gupta A. et al. Rapid determination of impurity of boron nitride in amorphous boron powder using inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) and ion chromatography (IC). *Analytical Methods*, 2017, vol. 9, no. 21, pp. 3141–3150. DOI: 10.1039/c7ay00140a.

Информация об авторах

Дворецков Роман Михайлович, начальник сектора, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Карачевцев Федор Николаевич, начальник лаборатории, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Бурковская Наталия Петровна, научный сотрудник, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Савина Ксения Владимировна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Roman M. Dvoretzky, Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Fedor N. Karachevtsev, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Natalia P. Burkovskaya, Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Ksenia V. Savina, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 17.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 23.12.2025.
The article was submitted 17.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 23.12.2025.

Научная статья

УДК 621.355

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-186-197

СТРУКТУРНЫЕ ОСОБЕННОСТИ И ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СИНТЕЗИРОВАННОГО ИЗ ТЕХНИЧЕСКИХ РЕАКТИВОВ ОРТОРОМБИЧЕСКОГО ПЕНТОКСИДА ВАНАДИЯ

А.А. Леонов¹, В.А. Дуюнова¹, Н.В. Трофимов¹, В.В. Кузнецов², Д.И. Черкасов²,
Д.А. Макаренков³, Н.М. Родионов³, И.Ю. Комендо³, А.Л. Михлин³

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

³Федеральное государственное бюджетное учреждение «Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия; nrcki@nrcki.ru

Аннотация. Исследованы особенности синтезированного орторомбического пентоксида ванадия, полученного по многостадийной методике из технического сырья. Установлено, что полученный пентоксид ванадия характеризуется крупной агрегацией частиц различной морфологии, связанной с параметрами синтеза, в частности высоким значением pH на стадии осаждения прекурсора. Электрохимические исследования выявили две пары редокс-переходов: $V(V) \rightarrow V(IV)$ и $V(IV) \rightarrow V(III)$, а также позволили определить рабочие границы pH-стабильности (pH = 5–9).

Ключевые слова: пентоксид ванадия, рентгеноструктурный анализ, просвечивающая электронная микроскопия, растровая электронная микроскопия, циклическая вольтамперометрия, редокс-переход

Для цитирования: Леонов А.А., Дуюнова В.А., Трофимов Н.В., Кузнецов В.В., Черкасов Д.И., Макаренков Д.А., Родионов Н.М., Комендо И.Ю., Михлин А.Л. Структурные особенности и электрохимические характеристики синтезированного из технических реактивов орторомбического пентоксида ванадия // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 186–197. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-186-197.

Scientific article

STRUCTURAL FEATURES AND ELECTROCHEMICAL CHARACTERISTICS OF ORTHORHOMBIC VANADIUM PENTOXIDE SYNTHESIZED FROM TECHNICAL REAGENTS

A.A. Leonov¹, V.A. Duyunova¹, N.V. Trofimov¹, V.V. Kuznetsov², D.I. Cherkasov²,
D.A. Makarenkov³, N.M. Rodionov³, I.Yu. Komendo³, A.L. Mihlin³

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 Dmitry Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, Moscow, Russia; pochta@muctr.ru

³National Research Centre «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; nrcki@nrcki.ru

Abstract. The study investigates the features of the synthesized orthorhombic vanadium oxide obtained through a multistage procedure from technical raw materials. It was established that the

resulting vanadium oxide is characterized by strong particle aggregation with diverse morphologies, which is related to synthesis parameters. Particularly the high pH value during the precursor precipitation stage. Electrochemical studies revealed two pairs of redox transition: $V(V) \rightarrow V(IV)$ and $V(IV) \rightarrow V(III)$, and also allowed the determination of the working pH stability range (pH = 5–9).

Keywords: vanadium pentoxide, X-ray diffraction analysis, transmission electron microscopy, scanning electron microscopy, cyclic voltammetry, redox transition

For citation: Leonov A.A., Duyunova V.A., Trofimov N.V., Kuznetsov V.V., Cherkasov D.I., Makarenkov D.A., Rodionov N.M., Komendo I.Yu., Mihlin A.L. Structural features and electrochemical characteristics of orthorhombic vanadium pentoxide synthesized from technical reagents. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 186–197. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-186-197.

Введение

Электрификация авиационной отрасли является одним из стратегических направлений соблюдения Декларации о сокращении вредных выбросов, утвержденной в 2008 г. Международной ассоциацией воздушного транспорта. Согласно данному документу, до 2050 г. планируется снизить общее количество CO_2 , выделяемого гражданской авиацией, на 50 %. В обеспечение развития данной стратегии поставлены цели: 7 «Доступная энергия», 9 «Промышленность, инновации и инфраструктура» и 13 «Борьба с изменением климата», в совокупности достигающиеся использованием альтернативных источников энергии [1]. Мероприятия, необходимые для достижения поставленных целей, схематично приведены на рис. 1.

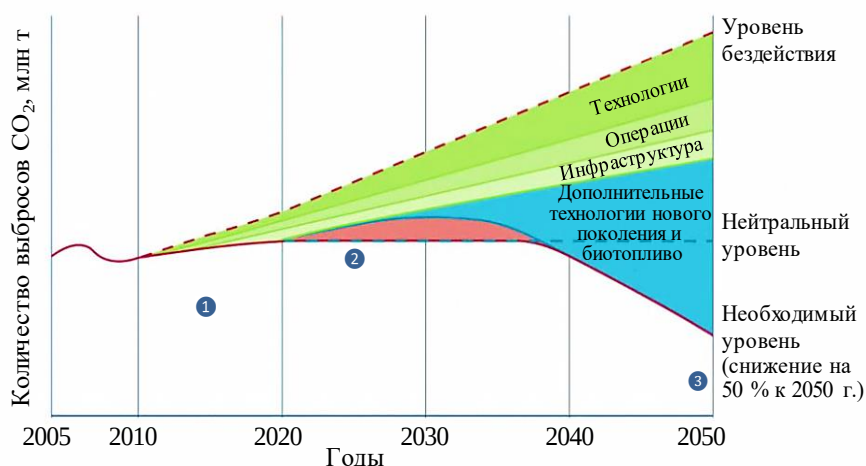


Рис. 1. Дорожная карта сокращения выбросов: 1–3 – этапы достижения поставленных целей [1]

Согласно представленной на рис. 1 диаграмме, первоначальным этапом, завершившимся в 2020 г., считается повышение топливной эффективности за счет обновления летного парка. Следующим шагом выступает регулирование с использованием рыночных мер (красная зона на рис. 1) в случае, если авиационная отрасль не обеспечивает сокращения выбросов с помощью эксплуатационных, технологических, инфраструктурных мер или использования биотоплива. Третьим этапом (начнется с 2030 г.) является использование передовых технологий нового поколения с упором на альтернативные виды топлива и технологии.

Во исполнение Указа Президента Российской Федерации от 4 ноября 2020 г. № 666 «О сокращении выбросов парниковых газов» Правительство Российской Федерации

Распоряжением от 29 октября 2021 г. № 3052-р утвердило Стратегию социально-экономического развития Российской Федерации с низким уровнем выбросов парниковых газов до 2050 г., в рамках которой одними из основных инструментов являются применение новых технологий и активная электрификация различных отраслей промышленности [2, 3].

Электрификация воздушного судна подразумевает как полноценную электрификацию, так и внедрение гибридных методов, основанных на совместном использовании традиционных двигателей и электрических установок. Традиционно в качестве основных устройств хранения энергии рассматриваются литий-ионные аккумуляторы, которые, несмотря на значительное превосходство по показателям энергоемкости перед аналогичными химическими источниками тока, имеют существенные недостатки: высокую стоимость, ограниченный ресурс, проблемы с безопасностью и сложности при работе в широком диапазоне температур [4–8].

Магний-ионные аккумуляторы благодаря теоретическим объемно-массовым показателям рассматриваются как одна из наиболее перспективных альтернативных электрохимических систем. Энергетические преимущества вытекают из мультивалентной природы магниевых ионов, которые обладают более высокой теоретической зарядной плотностью по сравнению с традиционными одновалентными ионами лития (3833 и 2062 $\text{mA} \cdot \text{ч}/\text{см}^3$ соответственно). Магний является самым легким мультизарядным (Mg^{2+}) элементом (плотность составляет $1,738$ $\text{г}/\text{см}^3$). Для алюминия (Al^{3+}) и цинка (Zn^{2+}) этот показатель равен $2,7$ и $7,133$ $\text{г}/\text{см}^3$ соответственно. Кроме того, по сравнению с литием (средний кларк в земной коре $0,002$ % (по массе)) магний является более распространенным элементом ($\sim 2,3$ % (по массе)), что делает его дешевым для использования в аккумуляторах. В отличие от лития, который является дорогим и ограниченно распространенным, магний можно добывать и использовать в больших объемах, что, соответственно, приведет к снижению стоимости конечного изделия [4, 9].

Конструктивно магний-ионный аккумулятор не отличается от аналогичных химических источников тока, основными «действующими» элементами являются анод, катод и электролит. Катод в электрохимической системе такого аккумулятора имеет основное значение для процессов зарядки и разрядки. Его основная функция заключается в осуществлении электронного и ионного переносов в ходе электрохимической реакции. В отличие от ионного переноса, осуществляемого через электролит, электронный перенос реализуется через внешние контакты и используется для работы на внешней нагрузке. Идеальный катодный материал должен обеспечивать интеркаляцию/деинтеркаляцию ионов магния и иметь необходимые циклические характеристики. Кинетика внедрения ионов магния существенно зависит от их подвижности в таких материалах. Как правило, ионная подвижность в основном определяется тремя структурными факторами: связью между участками материала, размером канала диффузии ионов, взаимодействием между внедренными молекулами и основной структурой материала [10–12].

В традиционных литий-ионных аккумуляторах применяются различные катодные материалы, такие как оксиды лития, шпинели или смешанные оксидно-фосфатные соединения, например кобальтат лития (LiCoO_2) и твердые растворы на основе изоструктурного ему никелата лития, литий-марганцевая шпинель (LiMn_2O_4) и феррофосфат лития (LiFePO_4). Высокий заряд Mg^{2+} приводит к сильному электростатическому взаимодействию с кристаллической решеткой этих материалов, затрудняя диффузию и вызывая структурную деградацию, в связи с чем их применение в магний-ионных аккумуляторах нецелесообразно [4].

Благодаря высокой теоретической емкости и структурным особенностям ванадия рассматривается как один из наиболее подходящих материалов для катодов. Он имеет несколько степеней окисления, что обеспечивает высокую способность аккумулировать электрическую энергию [13, 14]. Все соединения ванадия, имеющие ванадий-кислородные тетраэдры, обладают пластинчатой или туннельной кристаллической структурой (рис. 2), что благоприятствует кинетике диффузии ионов магния и стабильности структуры при внедрении/извлечении Mg^{2+} . Кроме того, свойство гибкого искажения структур, образованных атомами V и O, облегчает размещение интеркалированных ионов магния за счет способности изменять форму и конфигурацию под воздействием внешних факторов.

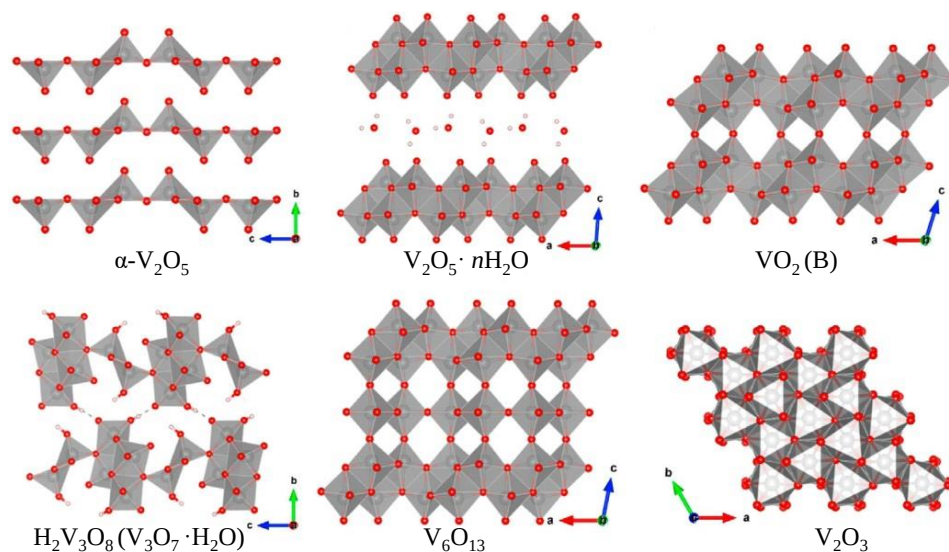


Рис. 2. Кристаллическое строение различных оксидов ванадия [13, 14]

Существование той или иной модификации и достижение необходимых разрядных показателей напрямую связаны с технологией синтеза, составом и морфологией получаемых частиц.

Материалы и методы

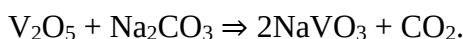
Материалом исследования являлся оксид ванадия (V_2O_5). Полученный порошок исследовали с использованием металлографических методов – растровой и просвечивающей электронной микроскопии, рентгеноструктурного анализа. Для определения электрохимических свойств полученных образцов оксида ванадия (V) навеску порошка массой ~10 мг диспергировали с 5%-ным спиртовым раствором иономера Nafion® в ультразвуковой бане. Полученную суспензию равномерно наносили на поверхность предварительно подготовленного стеклоуглеродного электрода (площадью 4,5 см²), средняя толщина нанесенного слоя составляла ~10 мкм. Электроды сушили в лаборатории на воздухе в течение 1 сут.

Поляризационные измерения проводили в серии буферных растворов, использующих систему $\text{H}_2\text{PO}_4^- / \text{HPO}_4^{2-}$ при pH = 5–7. Перед проведением измерений раствор деаэрировали аргоном (ос.ч.) в течение 30 мин. Во всех экспериментах использовали цифровой потенциостат. Потенциал рабочего электрода задавали относительно хлорсеребряного электрода сравнения. В качестве вспомогательного электрода использовали сетку из платинированного титана.

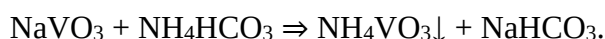
Работа выполнена при поддержке ЦКП «Климатические испытания» НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Результаты и обсуждение

Пентоксид ванадия получен по оригинальной методике, разработанной во ФГУП «ИРЕА» (в настоящее время – Курчатовский комплекс физико-химических технологий НИЦ «Курчатовский институт»). Навеску пентоксида ванадия квалификации «технический» растворяли в растворе карбоната натрия, нагретом до температуры 90–95 °С. В результате образовался раствор ванадата натрия:



После охлаждения раствор фильтровали от нерастворимого шлама. Далее при перемешивании добавляли сухой гидрокарбонат аммония:



Полученный осадок метаванадата аммония отделяли от маточного раствора под вакуумом на воронке Бюхнера и промывали раствором гидрокарбоната аммония.

Разложение метаванадата аммония проводили в кварцевом тигле в камерной электрической печи при температуре 500 °С в течение 2 ч:



Примесную чистоту полученного материала оценивали с помощью атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой, результаты приведены на рис. 3. Красными точками обозначены пределы обнаружения соответствующих элементов. Полученный пентоксид ванадия по содержанию примесей соответствует квалификации ч.д.а.

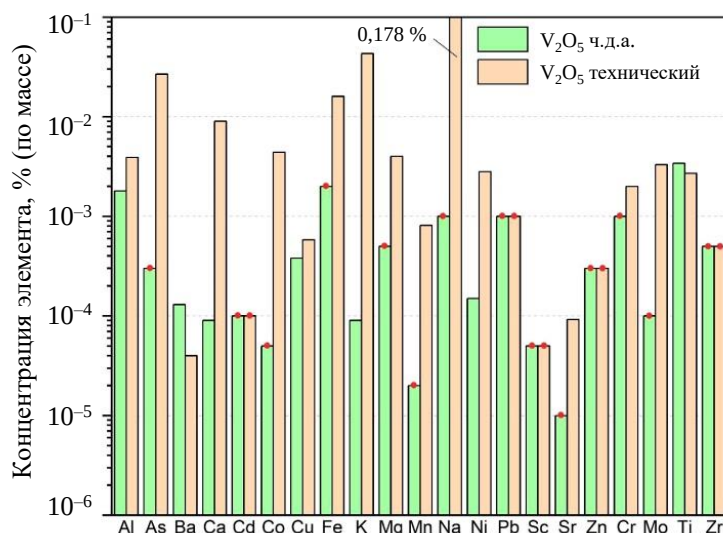


Рис. 3. Распределение примесей в пентоксиде ванадия до и после очистки по данным атомно-эмиссионной спектроскопии с индуктивно связанной плазмой

Важным направлением является исследование порошков оксида ванадия с использованием металлографических методов с целью получения информации о морфологии и структуре материала. Металлография позволяет проводить детальный анализ структурных особенностей, таких как зернообразование, фазовый состав, дефекты и текстуры.

Результаты растровой электронной микроскопии порошка пентоксида ванадия позволили выявить не только морфологические особенности, но и структурные параметры. На рис. 4 и 5 приведен общий вид порошка при различных увеличениях.

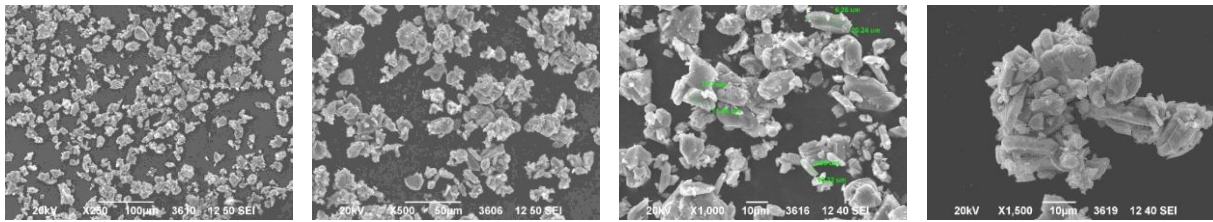


Рис. 4. Микроструктура пентоксида ванадия, полученная методом растровой электронной микроскопии

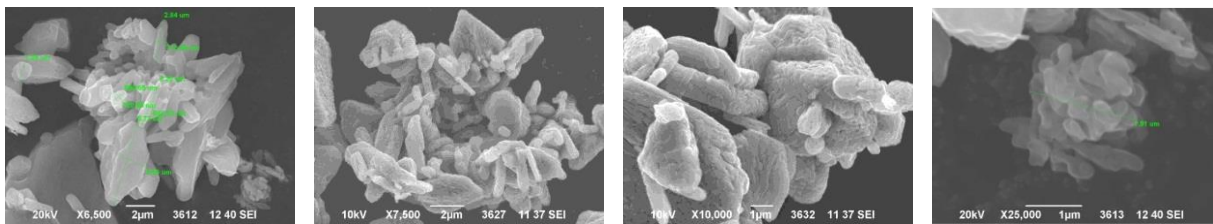


Рис. 5. Агломераты частиц пентоксида ванадия

Для частиц в данном состоянии характерно существенное различие в морфологии. Можно наблюдать как единичные частицы, так и скопления в виде слипшихся частиц – агломератов, что особенно заметно при больших увеличениях (рис. 5).

Агломерация – процесс образования крупных структур путем слипания мелких частиц, который может быть вызван различными факторами, такими как взаимодействие между поверхностями частиц, наличие примесей или добавок, термические воздействия. На поверхности частиц пентоксида ванадия могут накапливаться вещества, облегчающие их сцепление и образование агломератов вследствие физико-химических процессов, таких как адсорбция молекул воды или других веществ на поверхности частиц, либо воздействия электростатических сил, взаимодействия Ван-дер-Ваальса и других межмолекулярных сил.

Одной из возможных причин образования выявленных агрегированных кластеров является высокое значение pH (8,5–9,0) раствора прекурсора NH_4VO_3 , используемого для получения пентоксида ванадия. В работе [15] показано влияние значения pH (в интервале 1–10) на морфологию и электрохимические характеристики. При pH = 1 пентоксид ванадия имел чешуйчатую морфологию, наноразмерные чешуйки случайным образом укладывались в более крупные вторичные чешуйки размером до 2 мкм. При pH = 4 выявлена палочковидная морфология с частицами различной ширины и длины. В случае активной кислотности, равной 6 и 10, в образцах наблюдали микрометровые агрегированные кластеры из частиц разного размера.

Разнообразие форм частиц (круглые, стержневидные и т. д.) и повышенная «слипаемость» могут оказывать существенное влияние на электрохимические характеристики, например уменьшать удельную плотность поверхности, повышать внутреннее сопротивление и ограничивать доступ ионов магния за счет образования контактных плохо проводящих слоев между соприкасающимися частицами, которые будут препятствовать электронному и ионному транспорту. Это критично в условиях двухвалентной природы ионов магния, которая и так является причиной не только

высоких энергетических показателей, но и пониженной кинетики процессов интеркаляции в катодные материалы [16–19].

Параметры и тип кристаллической решетки определяли с использованием рентгеноструктурного анализа. Полученная дифрактограмма представлена на рис. 6.

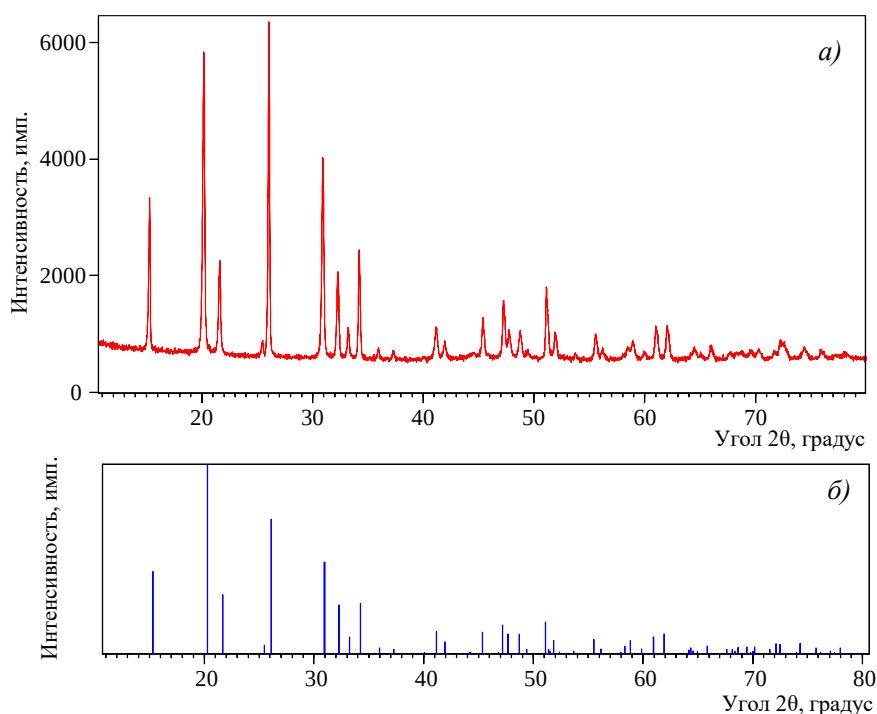


Рис. 6. Дифрактограмма синтезированного образца (а) и штрих-диаграмма (б) определенной фазы (V_2O_5)

Синтезированный порошок пентоксида ванадия имеет орторомбическую кристаллическую решетку с параметрами $a = 3,5624 \text{ \AA}$, $b = 11,5068 \text{ \AA}$, $c = 4,3748 \text{ \AA}$ и размером кристаллитов $\sim 150 \text{ \AA}$. Образующиеся агломераты частиц затрудняют проведение исследований методом просвечивающей электронной микроскопии. Так, кроме рефлексов, формирующих ряды, на дифракционной картине присутствуют дополнительные рефлексы, которые образуются в результате дифракции электронов на соседних и/или перекрывающихся кристаллах (рис. 7).

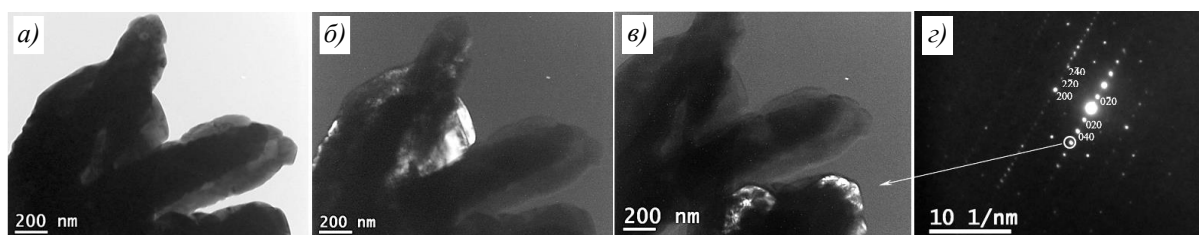


Рис. 7. Структура порошка V_2O_5 , полученная методом просвечивающей электронной микроскопии: а – снимок частиц порошка (кристаллитов); б, в – темнопольные снимки отдельных кристаллов порошка в различных дифракционных рефлексах; г – дифракционная картина, соответствующая щербинаиту, ось зоны $\langle 001 \rangle$

Схема сетки рефлексов орторомбической решетки с параметрами $a = 3,5624 \text{ \AA}$, $b = 11,5068 \text{ \AA}$, $c = 4,3748 \text{ \AA}$ для оси зоны $\langle 001 \rangle$ приведена на рис. 8.

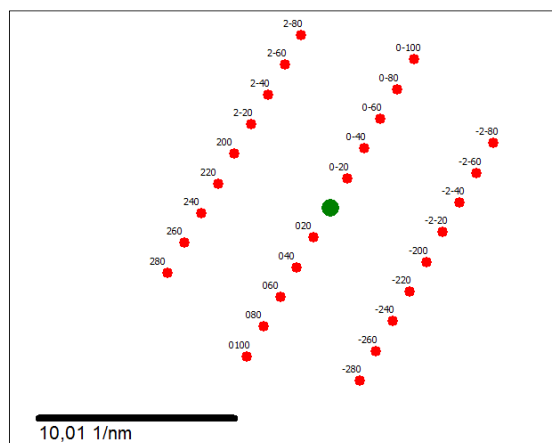
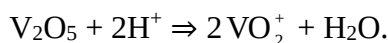


Рис. 8. Схема рефлексов орторомбической решетки пентоксида ванадия для оси зоны $\langle 001 \rangle$

Область применения разработанного V_2O_5 -электрода ограничивается растворами с pH в интервале 5–9 по причине его амфотерности. В кислых средах ($pH < 4$) происходило быстрое разрушение электрода из-за его растворения с образованием ионов VO_2^+ :



При $pH > 9$ образуются различные ионы ванадата (V): VO_4^{3-} , $V_2O_7^{4-}$, $V_3O_9^{3-}$, $V_{10}O_{28}^{6-}$ и др.

Для слабокислого раствора ($pH = 5$) на циклической вольтамперограмме видны редокс-переходы (рис. 9). Пик окисления наблюдается при потенциале 560 мВ и, по-видимому, соответствует перезарядке $V(IV) \rightarrow V(V)$. Расстояние между атомными слоями в кристаллической решетке пентоксида ванадия позволяет определить количество участвующих в перезарядке атомных слоев, равное ~ 34 . Для расчета использовали следующую формулу:

$$N = L/c,$$

где N – количество атомных слоев; L – размер кристаллита (150 Å); c – параметр решетки (4,37 Å).

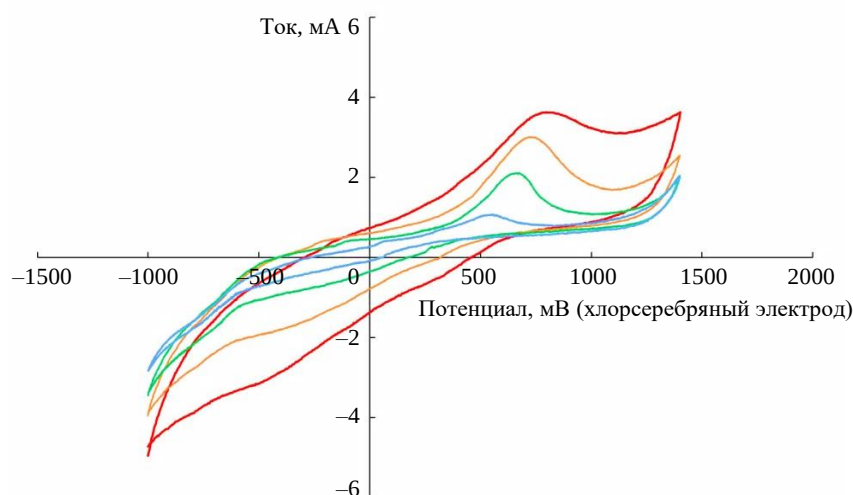


Рис. 9. Циклические вольтамперограммы V_2O_5 /GC-электрода (где GC – стеклоуглерод) в фосфатном буферном растворе при $pH = 4$ и скорости развертки 1 (—), 2 (—), 5 (—) и 10 мВ/с (—)

Переход является необратимым: положение его максимума заметно смещается в область более положительных потенциалов при увеличении скорости развертки. Выраженный пик на обратном ходу вольтамперограммы отсутствует, однако катодные токи через электрод протекают, перегиб при скорости развертки 1 мВ/с наблюдается при потенциале 20 мВ. Разница потенциалов максимумов значительно превышает 59 мВ, что также свидетельствует о необратимости этого перехода. Кроме того, в области более отрицательных переходов наблюдается еще один редокс-переход, по-видимому, соответствующий процессу $V(IV) \rightarrow V(III)$, который хорошо заметен при скорости развертки 10 мВ/с: -450 мВ (катодный скан), -50 мВ (анодный скан).

Вывод о природе протекающих на электроде процессов и участии ионов водорода в них можно сделать на основании зависимости формы циклической вольтамперограммы от кислотности раствора (рис. 10).

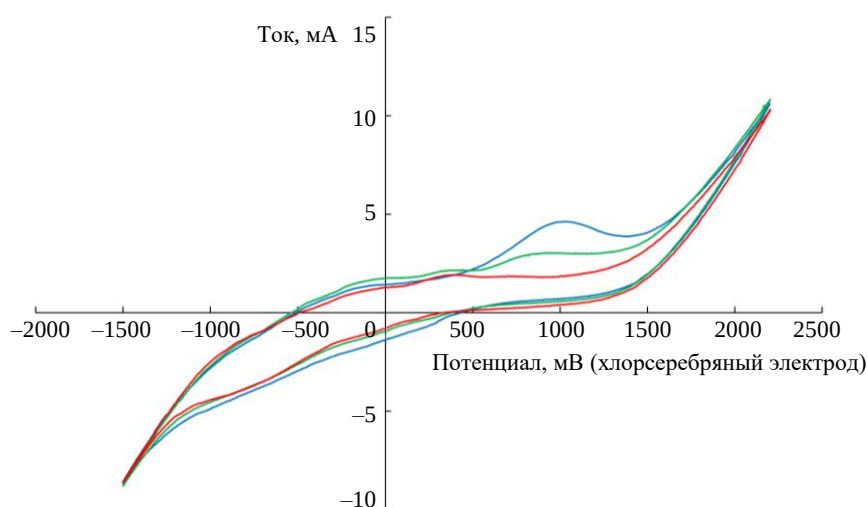


Рис. 10. Циклические вольтамперограммы при активной кислотности раствора 5 (—), 6 (—) и 7 (—)

Потенциалы пиков перехода $V(V) \rightarrow V(IV)$ смещаются в область более положительных потенциалов при увеличении кислотности, что явно свидетельствует об участии ионов водорода в редокс-переходе. С другой стороны, потенциал перегиба кривой, соответствующий редокс-переходу $V(IV) \rightarrow V(III)$, практически не изменяется, а значит, ионы водорода в нем не участвуют.

Заключения

В контексте глобальной стратегии декарбонизации авиационной отрасли и государственных инициатив РФ по снижению выбросов парниковых газов разработка новых систем накопления энергии, таких как магний-ионные аккумуляторы, является стратегически важной задачей. Такие аккумуляторы обладают значительным потенциалом благодаря высокой теоретической энергоемкости магниевого анода, доступности сырья и улучшенной безопасности по сравнению с литий-ионными аналогами.

Оксид ванадия (V_2O_5) является перспективным катодным материалом для магний-ионных аккумуляторов благодаря слоистой структуре, способности к обратимой интеркаляции мультивалентных ионов, высокой теоретической удельной емкости и наличию нескольких стабильных степеней окисления ванадия (V^{5+} , V^{4+} , V^{3+}).

Разработана методика синтеза чистого порошка V_2O_5 (квалификация ч.д.а.) из технического реактива через стадию осаждения метаванадата аммония. Рентгенофазовый анализ подтвердил формирование орторомбической фазы V_2O_5 (параметры решетки

$a = 3,5624 \text{ \AA}$, $b = 11,5068 \text{ \AA}$, $c = 4,3748 \text{ \AA}$) с размером кристаллитов $\sim 150 \text{ \AA}$. Методами электронной микроскопии установлено, что синтезированный порошок характеризуется развитой агломерацией частиц разнообразной морфологии. Образование агломератов связывается с высоким уровнем pH ($\sim (8,5-9,0)$) раствора прекурсора NH_4VO_3 , что согласуется с данными научно-технической литературы о влиянии pH на морфологию V_2O_5 .

Установлены границы электрохимической стабильности электрода из синтезированного V_2O_5 в водных растворах: pH = 5–9. При pH < 4 происходит быстрое растворение материала с образованием VO_2^+ , а при pH > 9 – образование растворимых поливанадатных анионов.

Циклическая вольтамперометрия в фосфатном буфере (pH = 5) выявила наличие двух редокс-переходов:

– $\text{V (V)} \rightarrow \text{V (IV)}$. Анодный пик выявлен при потенциале $\sim 560 \text{ мВ}$. Переход является необратимым (пик смещается с увеличением скорости развертки, разница потенциалов значительно превышает 59 мВ, отсутствует четкий катодный пик). Потенциал пика смещается в положительную область с увеличением кислотности, что однозначно указывает на участие ионов водорода в электрохимической реакции. Оценка на основе размера кристаллита ($\sim 150 \text{ \AA}$) и параметра решетки c ($4,3748 \text{ \AA}$) показала, что вдоль направления, перпендикулярного слоям, кристаллит состоит из ~ 34 атомных слоев. Наблюдаемая необратимость перехода свидетельствует о значительных кинетических ограничениях, вероятно, связанных с затрудненной диффузией H^+ вглубь кристаллитов;

– $\text{V (IV)} \rightarrow \text{V (III)}$. Наблюдается в области $-450/-50 \text{ мВ}$ (катодный/анодный скан). В отличие от первого перехода, его потенциал не зависит от кислотности раствора, что указывает на отсутствие прямого участия H^+ в этой электрохимической реакции.

Полученные результаты подтверждают потенциал синтезированного V_2O_5 как катодного материала, но также выявляют возможные проблемы при его применении в магний-ионных аккумуляторах:

- проблема агломерации, снижающая доступную поверхность и ухудшающая ионный/электронный транспорт, особенно критичная для двухвалентных ионов Mg^{2+} ;
- кинетические ограничения (необратимость) редокс-перехода $\text{V (V)} \rightarrow \text{V(IV)}$, связанные с диффузионными барьерами в объеме частиц.

Список источников

1. Abrantes I., Ferreira A.F., Magalhaes L.B. et al. The impact of revolutionary aircraft designs on global aviation emissions // *Renewable Energy*. 2024. Vol. 223. P. 119937. DOI: 10.1016/j.renene.2024.119937.
2. Указ Президента Российской Федерации от 04.11.2020 № 666 «О сокращении выбросов парниковых газов». URL: www.kremlin.ru/acts/bank/45990 (дата обращения: 24.09.2025).
3. Распоряжение Правительства Российской Федерации от 29.10.2021 № 3052-р. URL: <http://www.publication.pravo.gov.ru> (дата обращения: 24.09.2025).
4. Леонов А.А., Трофимов Н.В. Магний-ионные аккумуляторы: перспективы и вызовы в области энергетики // *Труды ВИАМ*. 2024. № 3 (133). С. 41–51. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-41-51.
5. Zhang J., Roumeliotis I., Zhang X., Zolotas A. Techno-economic-environmental evaluation of aircraft propulsion electrification: Surrogate-based multi-mission optimal design approach // *Renewable and Sustainable Energy Reviews*. 2023. Vol. 175. P. 442–464.
6. Emmanouil K. Reliability in the era of electrification in aviation: A systems approach // *Microelectronics Reliability*. 2020. Vol. 114. P. 77–82.
7. 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.
8. Каблов Е.Н. Современные материалы – основа инновационной модернизации России // *Металлы Евразии*. 2012. № 3. С. 10–15.
9. Deivanayagam R., Ingram B.J., Shahbazian-Yassar R. Progress in development of electrolytes for magnesium batteries // *Energy Storage Materials*. 2019. No. 21. P. 136–153.

10. Каблов Е.Н. Химия в авиационном материаловедении // Российский химический журнал. 2010. Т. LIV. № 1. С. 3–4.
11. Багоцкий В.С. Основы электрохимии. М.: Химия, 1988. 400 с.
12. Xu R., Gao X., Chen Ya. et al. Research advances of the electrolytes for rechargeable magnesium ion batteries // *Materials Today Physics*. 2023. No. 36. P. 116–133.
13. Rashad M., Asif M., Ahmed I. et al. Quest for carbon and vanadium oxide based rechargeable magnesium-ion batteries // *Journal of magnesium and alloys*. 2020. Vol. 8. P. 364–373.
14. Zhang X., Li D., Ruan Q. et al. Vanadium-based cathode materials for rechargeable magnesium batteries // *Materials Today Energy*. 2023. No. 32. P. 169–199.
15. Tzu-Ho W. Controlling crystal structures of vanadium oxides via pH regulation and decoupling crystallographic perspective on zinc storage behaviors // *Acta Materialia*. 2022. Vol. 245. P. 118663. DOI: 10.1016/j.actamat.2022.118663.
16. Никифоров А.А., Демин С.А., Хмелева К.М. Электрохимическая обработка деталей, полученных методом селективного лазерного сплавления // Труды ВИАМ. 2021. № 7 (101). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-3-12.
17. Сидорина А.И. Модификация поверхности углеродных армирующих наполнителей для полимерных композиционных материалов электрохимической обработкой (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 4 (110). С. 61–74. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-61-74.
18. Каблов Е.Н., Старцев О.В. Фундаментальные и прикладные исследования коррозии и старения материалов в климатических условиях (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 4. С. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.
19. Леонов А.А., Заварзин С.В., Трофимов Н.В. О некоторых особенностях влияния состава магниевых анодов на его электрохимическое поведение применительно к магниевым аккумуляторам // Труды ВИАМ. 2024. № 6 (136). С. 18–28. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-18-28.

References

1. Abrantes I., Ferreira A.F., Magalhaes L.B. et al. The impact of revolutionary aircraft designs on global aviation emissions. *Renewable Energy*, 2024, vol. 223, pp. 119937. DOI: 10.1016/j.renene.2024.119937.
2. Decree of the President of the Russian Federation of November 4, 2020 No. 666 «On the Reduction of Greenhouse Gas Emissions». Available at: www.kremlin.ru/acts/bank/45990 (accessed: September 24, 2025).
3. Order of the Government of the Russian Federation dated October 29, 2021 No. 3052-r. Available at: <http://www.publication.pravo.gov.ru> (accessed: September 24, 2025).
4. Leonov A.A., Trofimov N.V. Magnesium ion batteries: prospects and challenges in the field of energy. *Trudy VIAM*, 2024, no. 3 (133), pp. 41–51. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 24, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-3-41-51.
5. Zhang J., Roumeliotis I., Zhang X., Zolotas A. Techno-economic-environmental evaluation of aircraft propulsion electrification: Surrogate-based multi-mission optimal design approach. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 2023, vol. 175, pp. 442–464.
6. Emmanouil K. Reliability in the era of electrification in aviation: A systems approach. *Microelectronics Reliability*, 2020, vol. 114, pp. 77–82.
7. 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.
8. Kablov E.N. Modern Materials – the Basis for Innovative Modernization of Russia. *Metally Evrazii*, 2012, no. 3, pp. 10–15.
9. Deivanayagam R., Ingram B.J., Shahbazian-Yassar R. Progress in development of electrolytes for magnesium batteries. *Energy Storage Materials*, 2019, no. 21, pp. 136–153.
10. Kablov E.N. Chemistry in Aviation Materials Science. *Rossiyskiy khimicheskiy zhurnal*, 2010, vol. LIV, no. 1, pp. 3–4.
11. Bagotsky V.S. *Fundamentals of Electrochemistry*. Moscow: Khimiya, 1988, 400 p.
12. Xu R., Gao X., Chen Ya. et al. Research advances of the electrolytes for rechargeable magnesium ion batteries. *Materials Today Physics*, 2023, no. 36, pp. 116–133.

13. Rashad M., Asif M., Ahmed I. et al. Quest for carbon and vanadium oxide based rechargeable magnesium-ion batteries. *Journal of magnesium and alloys*, 2020, vol. 8, pp. 364–373.
14. Zhang X., Li D., Ruan Q. et al. Vanadium-based cathode materials for rechargeable magnesium batteries. *Materials Today Energy*, 2023, no. 32, pp. 169–199.
15. Tzu-Ho W. Controlling crystal structures of vanadium oxides via pH regulation and decoupling crystallographic perspective on zinc storage behaviors. *Acta Materialia*, 2022, vol. 245, p. 118663. DOI: 10.1016/j.actamat.2022.118663.
16. Nikiforov A.A., Demin S.A., Khmeleva K.M. Electrochemical treatment of parts obtained by selective laser fusion. *Trudy VIAM*, 2021, no. 7 (101), pp. 3–12. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 24, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-3-12.
17. Sidorina A.I. Modification of the surface of carbon reinforcing fillers for polymer composite materials by electrochemical treatment (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 4 (110), pp. 61–74. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 24, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-4-61-74.
18. Kablov E.N., Startsev O.V. The basic and applied research in the field of corrosion and ageing of materials in natural environments (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 4 (37), pp. 38–52. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-4-38-52.
19. Leonov A.A., Zavarzin S.V., Trofimov N.V. On some features of the influence of the composition of the magnesium anode on its electrochemical behavior in relation to magnesium-ion batteries. *Trudy VIAM*, 2024, no. 6 (136), pp. 18–28. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 24, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-6-18-28.

Информация об авторах

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

Дуюнова Виктория Александровна, начальник Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Трофимов Николай Вадимович, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Кузнецов Виталий Владимирович, профессор, д.т.н., РХТУ им. Д.И. Менделеева, pochta@muctr.ru

Черкасов Дмитрий Игоревич, научный сотрудник, РХТУ им. Д.И. Менделеева, pochta@muctr.ru

Макаренков Дмитрий Анатольевич, заместитель руководителя Комплекса по технологическим процессам и аппаратам, д.т.н., доцент, НИЦ «Курчатовский институт», nrcki@nrcki.ru

Родионов Никита Михайлович, лаборант-исследователь, НИЦ «Курчатовский институт», nrcki@nrcki.ru

Комендо Илья Юрьевич, заместитель начальника отдела, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт», nrcki@nrcki.ru

Михлин Александр Леонидович, начальник лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт», nrcki@nrcki.ru

Information about the authors

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

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

Nikolay V. Trofimov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Vitaly V. Kuznetsov, Professor, Doctor of Sciences (Tech.), Mendeleev University, pochta@muctr.ru

Dmitry I. Cherkasov, Researcher, Mendeleev University, pochta@muctr.ru

Dmitry A. Makarenkov, Deputy Head of the Complex for Technological Processes and Equipment, Doctor of Sciences (Tech.), Associate Professor, NRC «Kurchatov Institute», nrcki@nrcki.ru

Nikita M. Rodionov, Laboratory Research Assistant, NRC «Kurchatov Institute», nrcki@nrcki.ru

Ilya Yu. Komendo, Deputy Head of Department, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute», nrcki@nrcki.ru

Alexander L. Mihlin, Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute», nrcki@nrcki.ru

Статья поступила в редакцию 20.02.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 04.03.2026.
The article was submitted 20.02.2026; approved and accepted for publication after reviewing 04.03.2026.

Научная статья

УДК 579.69

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-198-211

ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОЛЛЕКЦИИ МИЦЕЛИАЛЬНЫХ ГРИБОВ НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ МОЛЕКУЛЯРНО-ГЕНЕТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ* Часть 2

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 проведена 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: род *Penicillium*; порядок *Xylariales*, роды *Nigrospora*, *Neopestalotiopsis*, *Pestalotiopsis*, *Daldinia*; род *Cladosporium*; род *Sarocladium*; порядок *Hypocreales*; порядок *Mucorales*, род *Rhizopus*; род *Trichoderma*; род *Fusarium* и др.

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 2 // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 198–211. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-198-211.

Scientific article

IDENTIFICATION OF THE MYCELIAL FUNGI COLLECTION OF NRC «KURCHATOV INSTITUTE» – VIAM BY MOLECULAR GENETIC METHODS Part 2

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 the methods of genome-wide taxonomy. The taxonomic classification was carried out at the Kurchatov Genomic Center using two approaches: genomic signature analysis and a full-fledged phylogenetic analysis of 255 marker single-copy eukaryotic genes. The article presents data on the molecular identification of strains of the following taxa: genus *Penicillium*; order *Xylariales*, genera *Nigrospora*, *Neopestalotiopsis*, *Pestalotiopsis*, *Daldinia*; genus *Cladosporium*; genus *Sarocladium*; order *Hypocreales*; order *Mucorales*, genus *Rhizopus*; genus *Trichoderma*; genus *Fusarium*, etc.

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 4 (158), 2026.

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 2. *Trudy VIAM*, 2026, no. 5 (159), pp. 198–211. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-198-211.

Введение

В микробиологической лаборатории НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ ведутся испытания и исследования устойчивости материалов к микроорганизмам. В рамках этой работы сотрудники лаборатории постоянно выделяют и идентифицируют микрофлору, поражающую технику и конструкции. За эти годы сформирована обширная коллекция микроорганизмов, способных разрушать материалы [1–3]. Преимущественно она состоит из культур микроскопических грибов, выделенных из образцов, прошедших испытания в различных климатических условиях. Кроме того, в лаборатории анализируется техника с признаками микробиологических повреждений, что позволяет получать культуры деструкторов непосредственно из очагов поражения. Эти штаммы особенно ценны для дальнейших исследований их свойств и тестирования материалов на устойчивость [4–8].

Ранее идентификация микроорганизмов основывалась на морфологических признаках. Такой подход был ненадежным из-за изменчивости внешних характеристик и ограниченности данных микробиологических справочников. С появлением методов секвенирования точность определения микроорганизмов значительно возросла и позволяет идентифицировать культуры на видовом уровне.

Цель данной работы – таксономическая идентификация культур мицелиальных грибов депозитария НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью методов секвенирования.

Материалы и методы

На первом этапе проведена реизоляция 200 культур мицелиальных грибов из замороженных и лиофилизированных препаратов, хранящихся в депозитарии НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, путем посева инокулята на поверхность питательной среды сусло-агар. Чашки Петри с инокулятом заклеивали парафином и инкубировали в термостатах при температуре 28 °C в течение 10–14 дней. После проведения 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.

Сначала проводили выделение геномной ДНК с культур на чашках Петри (см. первую часть данной статьи). Далее концентрацию полученной ДНК измеряли на флуориметре. В ходе измерения в образец вводится флуоресцентный краситель, который специфически связывается с целевой молекулой ДНК, образуя флуоресцентный комплекс. Прибор измеряет интенсивность свечения и рассчитывает концентрацию относительно известных стандартов. В результате измерения концентраций получены удовлетворительные результаты. Сводные результаты представлены на рис. 1.

Качество препаратов ДНК определяли на спектрофотометре. По полученному графику спектра поглощения проверяли наличие примесей в препарате ДНК. Так, по соотношению значений поглощения при длинах волн 260 и 280 нм оценивали наличие примесей белков и других соединений с пиком поглощения в области 280 нм. В свою очередь, по соотношению значений поглощения при длинах волн 260 и 230 нм определяли

наличие примесей солей гуанидина (присутствует в лидирующем растворе наборов реагентов для экстракции ДНК) и других соединений с пиком поглощения в области 230 нм. Пример графика спектра поглощения представлен на рис. 2.

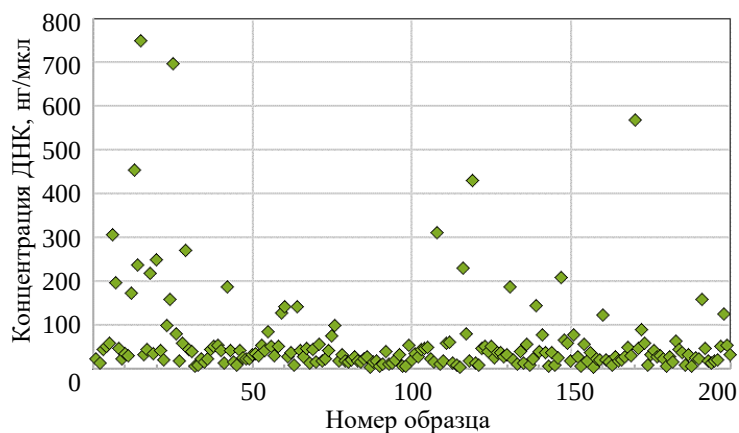


Рис. 1. Результаты измерения концентрации ДНК полученных образцов с использованием флуориметра

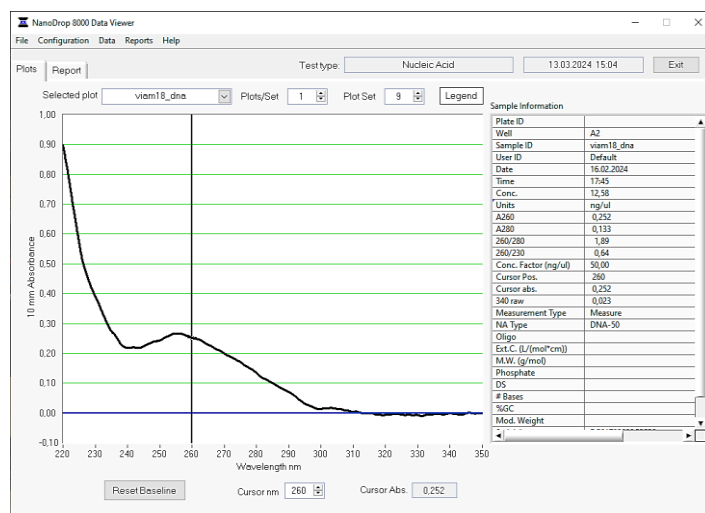


Рис. 2. Спектр поглощения для ДНК образцов культур на чашках Петри (штамм *viam* 018). По оси X указана длина волны (нм), по оси Y – величина поглощения

Далее проводили дополнительную очистку полученных препаратов ДНК. Несмотря на наличие достаточного количества ДНК для приготовления геномных библиотек, в ряде образцов наблюдали низкое качество полученного материала. Если соотношение значений поглощения при длинах волн 260 и 280 нм приближалось к оптимальному ($\sim(1,8 \pm 0,2)$), то при длинах волн 260 и 230 нм в большинстве образцов было существенно меньше необходимого (2,0–2,2). Низкое качество исходной ДНК может привести к некорректной работе реагентов для приготовления библиотек, поэтому для каждого образца проведена дополнительная очистка 500 нг ДНК с помощью набора реагентов для очистки ДНК.

Качество ДНК определяли на спектрофотометре. По полученному графику спектра поглощения проверяли наличие остаточных примесей в препарате ДНК. В примере, приведенном на рис. 3, демонстрируется значительное повышение качества препарата ДНК штамма *viam* 018 по сравнению с тем же препаратом без дополнительной очистки (рис. 2).

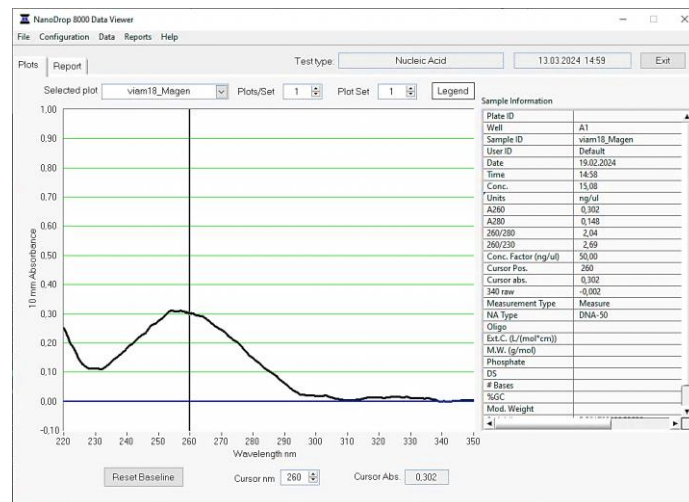


Рис. 3. Спектр поглощения для ДНК штамма viam 018 после дополнительной очистки. По оси X указана длина волны (нм), по оси Y – величина поглощения

Далее для очищенной ДНК культур на чашках Петри приготовлены библиотеки для секвенирования, проведена оценка качества и количества полученных библиотек. После осуществлена биоинформативная обработка данных, включающая предварительную обработку и контроль качества геномных прочтений и *de novo* сборку геномов.

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

Результаты и обсуждение

В рамках данной работы с помощью анализа NGS-данных (Next Generation Sequencing – секвенирование нового поколения) решали две основные задачи: точная таксономическая идентификация 200 штаммов мицелиальных грибов депозитария НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ и *de novo* сборка и структурно-функциональная аннотация геномов. Подходы к решению второй задачи осуществляются с помощью стандартных биоинформатических инструментов, если исследуемые культуры являются чистыми монокультурами. В то же время даже небольшое количество контаминантов в культуре может приводить к значительному ухудшению качества сборки и, следовательно, результатов анализа. Культуры мицелиальных грибов нередко оказываются загрязнены сопутствующими бактериальными микроорганизмами, поэтому в рамках данного проекта использовали нормализацию ридов по *k*-мерам с помощью пакета BBDuk, позволяющую отсеять незначительную (до 10 %) контаминацию [9]. Однако, несмотря на это, ряд образцов все же оказался сильно загрязнен или не представлял собой монокультуру.

Точное определение таксономии грибов не является тривиальной задачей в первую очередь по причине того, что, в отличие от прокариотических организмов [10], универсальных инструментов для этих целей не разработано. По этой причине таксономию определяли с помощью мультифазного подхода. На первом этапе проводили поиск геномных сигнатур, позволяющих с высокой точностью идентифицировать те штаммы, для которых есть геномы близкородственных организмов (уровень вида/подвида) в референсных базах данных. Однако использование данного подхода, во-первых, требует подтверждения путем проведения полноценного филогенетического анализа, во-вторых, не эффективно в случаях, когда информация по геномам близкородственных организмов отсутствует. Для решения этой проблемы проводили филогенетический анализ на основании последовательностей маркерных генов и строили филогенетическое древо, включающее как исследуемые образцы, так и геномы типовых штаммов грибов, доступных в открытых источниках.

На заключительном этапе проведена структурная и функциональная аннотация геномов для получения данных о представленности различных категорий кластеров ортологических генов и последовательностей генов рРНК [11–14].

Общая схема анализа представлена на рис. 4.



Рис. 4. Общая схема биоинформатического анализа данных секвенирования (КОГ – кластеры ортологических генов)

В предыдущей части данной статьи представлены данные по молекулярной идентификации штаммов следующих таксонов: порядок *Glomerellales*, род *Colletotrichum*; семейство *Pleosporaceae*; роды *Curvularia* и *Alternaria*, род *Aspergillus* и представители новых порядков класса *Sordariomycetes*.

С помощью анализа геномных сигнатур [15–18] к представителям рода *Penicillium* отнесены штаммы viam 017, viam 019, viam 049, viam 072, viam 077, viam 082, viam 084, viam 085, viam 086-1, viam 086-2, viam 087, viam 088, viam 089, viam 093, viam 094-1, viam 094-2, viam 104, viam 106, viam 107, viam 129, viam 135, viam 150, viam 151, viam 164, viam 168, viam 185, viam 186, viam 187, viam 231 и viam 234. С помощью филогенетического анализа подтверждена филогения всех этих штаммов и классифицирован ряд штаммов, для которых метод анализа геномных сигнатур оказался недостаточно чувствительным (рис. 5).

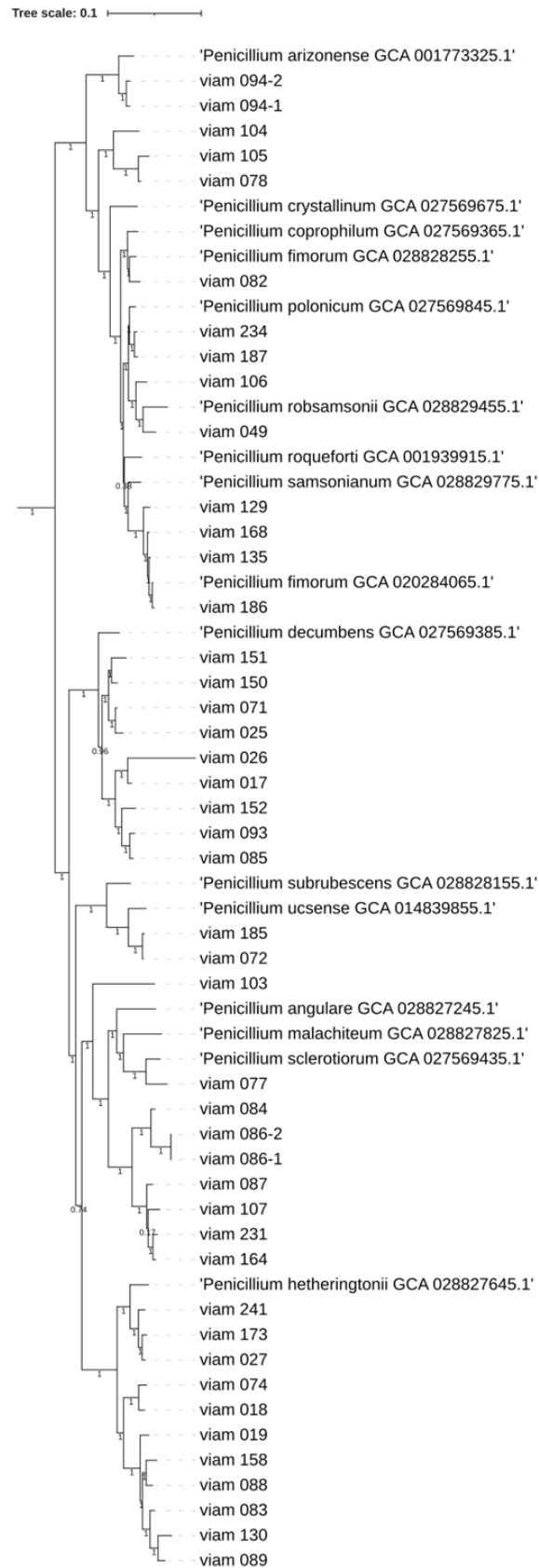


Рис. 5. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, рода *Penicillium*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов. Бутстрапы обозначены в долях

Анализ филогенетического дерева показывает, что в большинстве случаев исследуемые штаммы оказываются близки типовым видам рода *Penicillium*, однако окончательное подтверждение их видовой принадлежности требует более глубокого мультифазного подхода с использованием методов анализа средней нуклеотидной/аминокислотной идентичности, ключевых метаболических путей и др. В то же время ряд штаммов, например viam 104, viam 103, а также кластеры viam 151/viam 150/viam 071/viam 025, viam 087/viam 107/viam 231/viam 164 и др. (рис. 5), вероятно, представляют собой новые виды рода *Penicillium*.

С помощью анализа геномных сигнатур к представителям порядка *Xylariales* отнесены штаммы viam 020, viam 110, viam 115, viam 122, viam 204, viam 229, viam 239, viam 248 и viam 249.

Филогенетический анализ подтвердил принадлежность этих штаммов к данному порядку, к которому также отнесен штамм viam 169 (рис. 6). В то же время в результате отсутствия ряда геномов типовых штаммов в базе данных в некоторых случаях классификация с помощью анализа геномных сигнатур была более точной. Так, штаммы viam 248 и viam 122 отнесены к роду *Nigrospora*; штаммы viam 115 и viam 239 – к роду *Neopestalotiopsis*; штамм viam 020 (и, судя по филогенетическому дереву, штамм viam 110) – к роду *Pestalotiopsis*. Штамм viam 249, по-видимому, относится к виду *Daldinia bambusicola*.

Следует отметить, что, судя по глубине ветвления, штамм viam 169 представляет собой новый род семейства *Apiosporaceae*, к которому относится род *Neoarthrinium*.

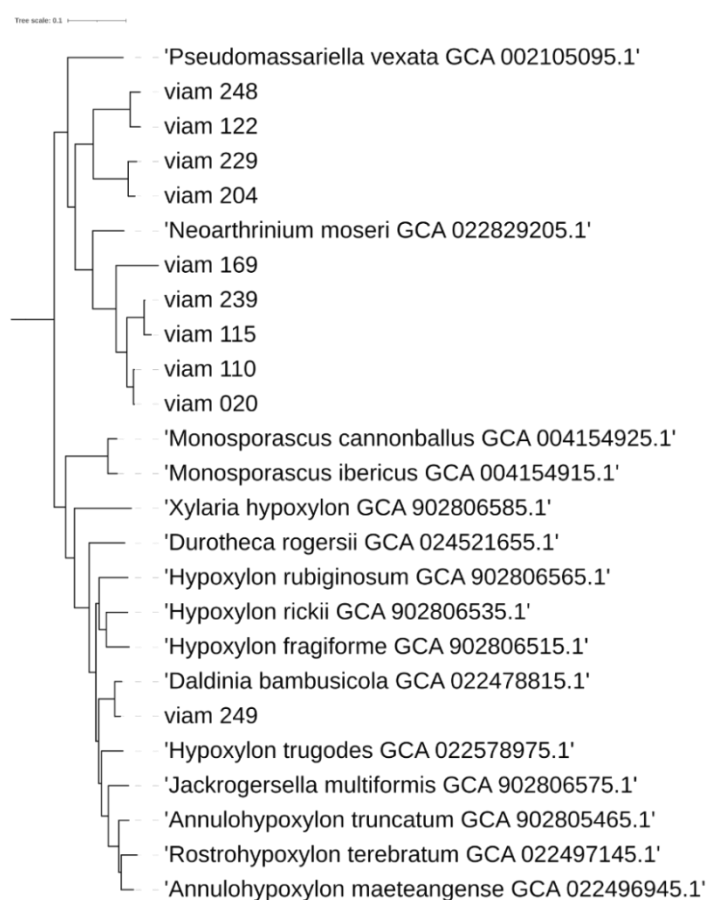


Рис. 6. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, порядка *Xylariales*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

С помощью анализа геномных сигнатур к представителям рода *Cladosporium* отнесены штаммы viam 096, viam 109 cl3, viam 118, viam 134, viam 145, viam 148, viam 157, viam 182, viam 210 и viam 223. С помощью филогенетического анализа подтверждена филогения всех этих штаммов, а также классифицировано значительное количество штаммов, для которых метод анализа геномных сигнатур оказался недостаточно чувствительным (рис. 7).

Анализ филогенетического дерева показывает, что все штаммы этой ветви близки единственному типовому штамму рода *Cladosporium* (согласно базе данных геномов типовых штаммов), однако окончательное подтверждение их видовой принадлежности требует глубокого мультифазного подхода с использованием методов анализа средней нуклеотидной/аминокислотной идентичности и расширенных баз данных по мере появления новых геномов рода *Cladosporium*.

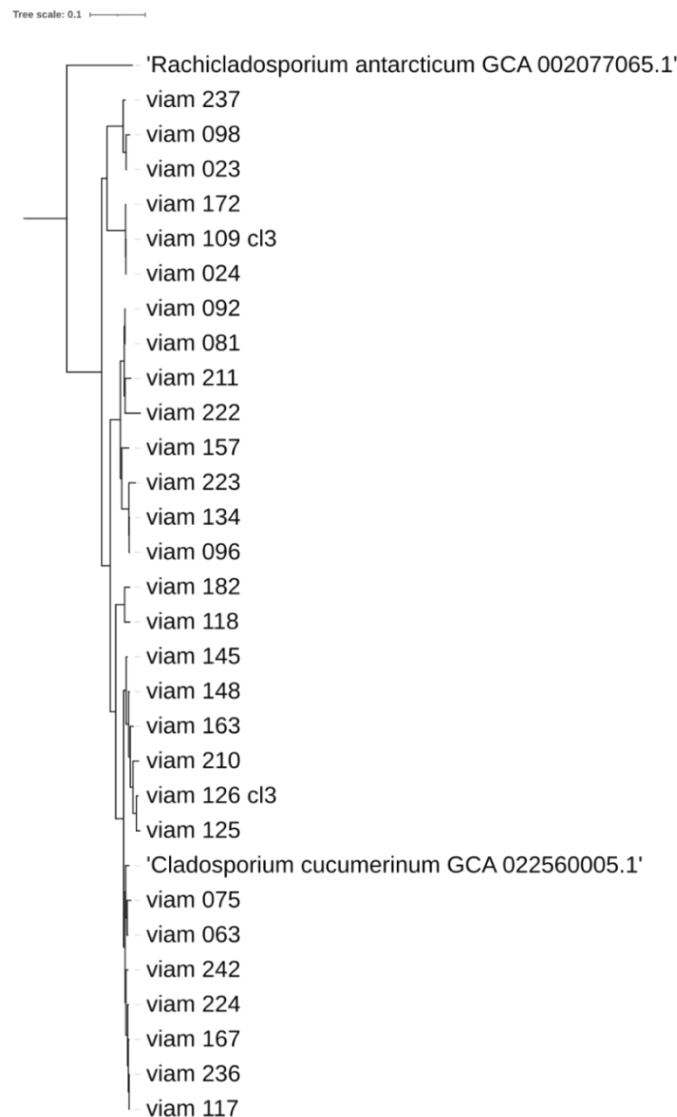


Рис. 7. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, рода *Cladosporium*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Далее проведена идентификация штаммов viam 240, viam 029, viam 099 и viam 076 cl3. Анализ геномных сигнатур показал, что штамм viam 240 относится к виду

Sarocladium implicatum, viam 029 – к виду *Golovinomyces magnicellulatus*, а штаммы viam 099 и viam 076 cl3 – к роду *Clonostachys*.

Данные филогенетического анализа (рис. 8) подтверждают принадлежность штамма viam 240 к роду *Sarocladium*, но к другому виду – *Sarocladium brachiariae*. Штамм viam 029 кластеризовался с видом *Emericellopsis atlantica*, который, как и *G. magnicellulatus*, принадлежит к отделу *Ascomycota*, но к другому классу – *Leotiomycetes*. Штаммы viam 099 и viam 076 cl3 образуют единую монофилетическую группу, кластеризующуюся с видом *Gliomastix tumulicola*, принадлежащим с родом *Clonostachys* к одному семейству *Bionectriaceae*, порядка *Hypocreales*.

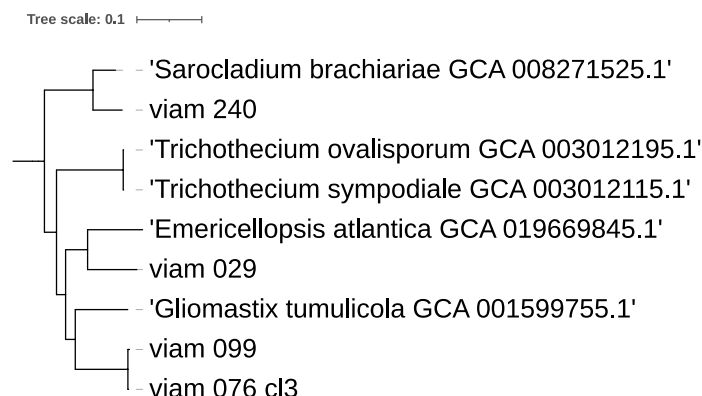


Рис. 8. Фрагмент общего филогенетического древа царства Fungi, рода *Sarocladium*, порядка *Hypocreales*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Анализ геномных сигнатур показал, что штамм viam 037 относится к роду *Rhizopus*, что подтверждается результатами филогенетического анализа (рис. 9).

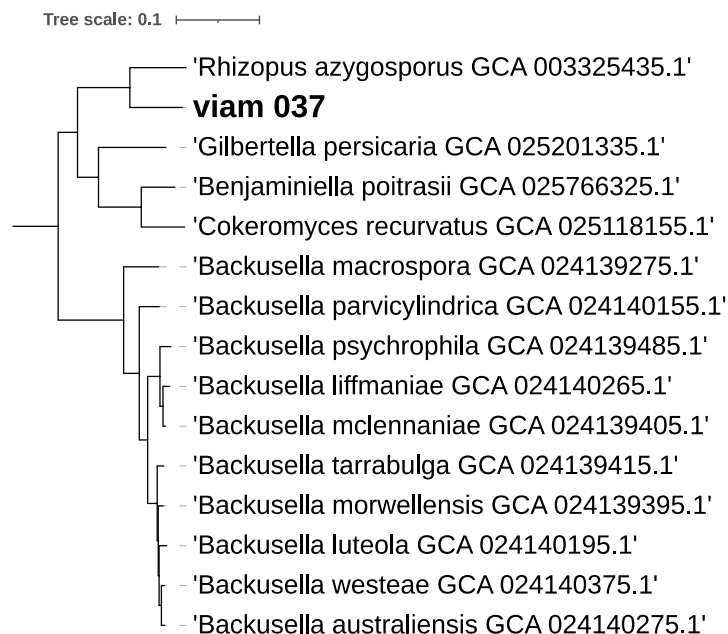


Рис. 9. Фрагмент общего филогенетического древа царства Fungi, порядка *Mucorales*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

С помощью анализа геномных сигнатур к представителям рода *Trichoderma* отнесены штаммы viam 160, viam 073, viam 051, viam 108, viam 112, viam 116, viam 050, viam 038, viam 176, viam 166, viam 136 и viam 216. Анализ филогенетического древа подтверждает принадлежность к этому роду *Trichoderma* также штаммов viam 153 и viam 069 (рис. 10). Более того, штамм viam 216 ближе к виду *Trichoderma brevicrassum*, viam 038 – к виду *Trichoderma harzianum*, а viam 108, viam 112 и viam 116 – к виду *Trichoderma asperellum*.

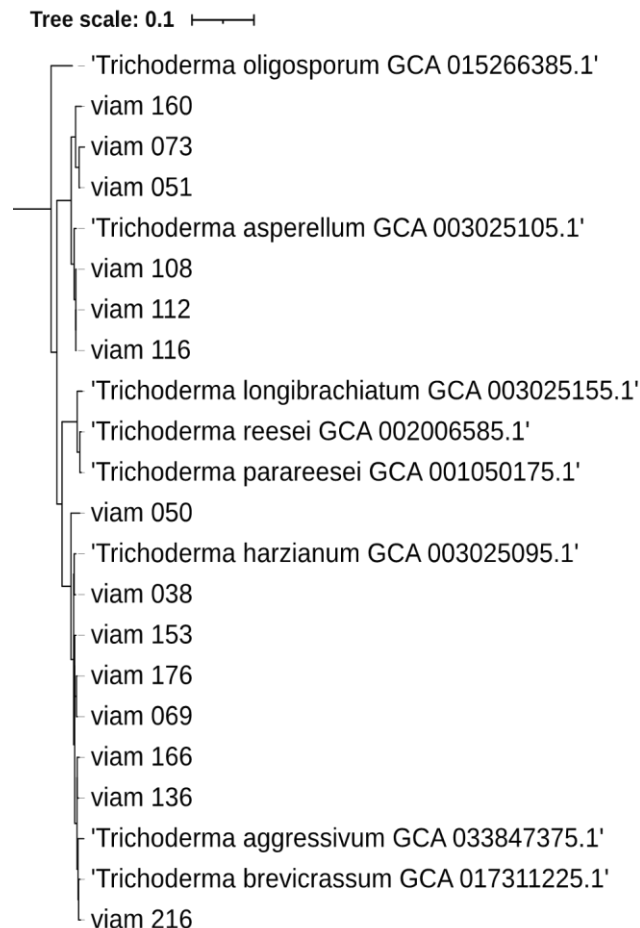


Рис. 10. Фрагмент общего филогенетического древа царства Fungi, рода *Trichoderma*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Анализ данных по геномным сигнатурам показал, что штаммы viam 060, viam 225, viam 121, viam 128, viam 212, viam 183, viam 246, viam 068, viam 039 и viam 070 относятся к представителям рода *Fusarium*. Анализ филогенетического древа подтверждает принадлежность данных штаммов к роду *Fusarium* (рис. 11). При этом видно, что штамм viam 070 ближе всего к виду *Fusarium poae*, штамм viam 039 – к виду *Fusarium goolgardi*. Штаммы viam 225 и viam 060 кластеризуются с видом *Fusarium tricinctum*, однако, вероятно, это представители другого вида. Штаммы viam 121, viam 128, viam 212, viam 183, viam 246 и viam 068, по-видимому, являются новыми видами рода *Fusarium*.

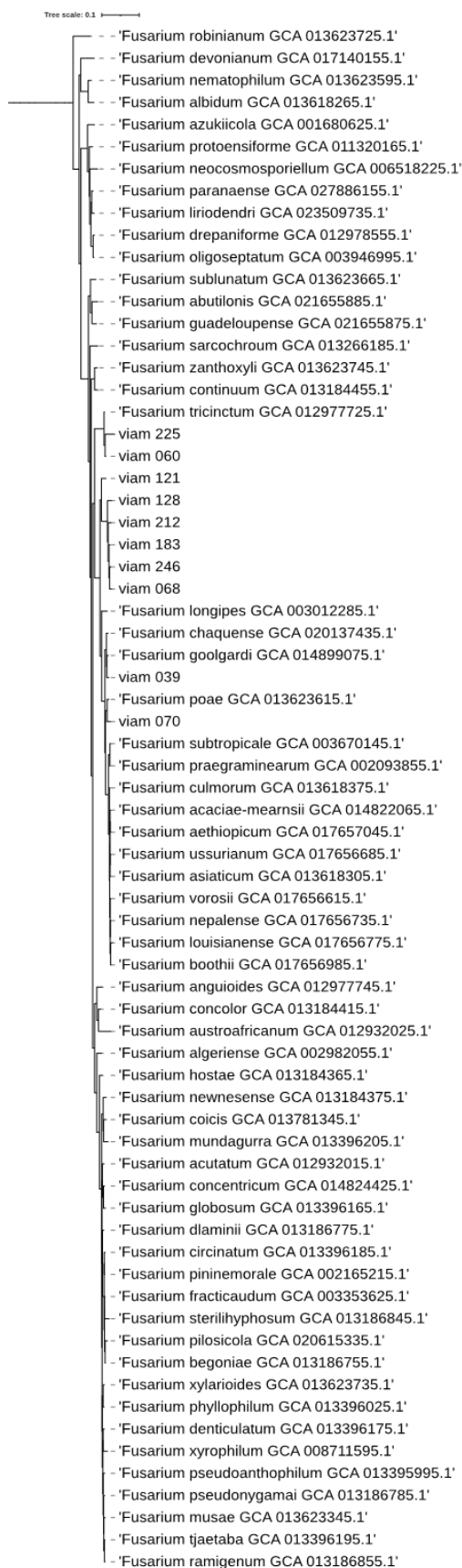


Рис. 11. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, рода *Fusarium*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Заключения

Проведена таксономическая идентификация штаммов мицелиальных грибов коллекции НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью молекулярно-генетических методов. Работа по проведению полногеномного секвенирования выполнена в Курчатовском геномном центре.

На первом этапе осуществлена молекулярная идентификация штаммов следующих таксонов: порядок *Glomerellales*, род *Colletotrichum*; семейство *Pleosporaceae*; роды *Curvularia* и *Alternaria*, род *Aspergillus* и представители новых порядков класса *Sordariomycetes*. В данной части статьи представлены результаты молекулярной идентификации штаммов следующих таксонов: род *Penicillium*; порядок *Xylariales*, роды *Nigrospora*, *Neopestalotiopsis*, *Pestalotiopsis*, *Daldinia*; род *Cladosporium*; род *Sarocladium*; порядок *Hypocreales*; порядок *Mucorales*, род *Rhizopus*; род *Trichoderma*; род *Fusarium* и др. Заключительный анализ данных по идентификации других штаммов будет представлен в следующей публикации.

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., Levinskait L., Pečiulyt 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., Jaskelvičius 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. Bushnell B. BBMap: A Fast, Accurate, Splice-Aware Aligner. LBL publications, 2014. 5 p.
10. Chaumeil P.A., Mussig A.J., Hugenholtz P. et al. GTDB-Tk: a toolkit to classify genomes with the Genome Taxonomy Database. Oxford University Press, 2020. P. 1925–1927.
11. 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.

12. 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.
13. 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.
14. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4 // *Nature biotechnology*. Nature Publishing Group, 2023. P. 1–12.
15. 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.
16. 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.
17. 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.
18. 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., Levinskait L., Pečiulyt 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., Jaskelevičius 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. Bushnell B. *BBMap: A Fast, Accurate, Splice-Aware Aligner*. LBL publications, 2014, 5 p.
10. Chaumeil P.A., Mussig A.J., Hugenholtz P. et al. *GTDB-Tk: a toolkit to classify genomes with the Genome Taxonomy Database*. Oxford University Press, 2020, pp. 1925–1927.

11. 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.
12. 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, pp. 1292. DOI: 10.1038/s41598-024-51725-0.
13. 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.
14. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4. *Nature biotechnology*. Nature Publishing Group, 2023, pp. 1–12.
15. 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.
16. 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.
17. 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.
18. 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 11.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 10.12.2025.
The article was submitted 11.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 10.12.2025.

Научная статья

УДК 678.8

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-212-224

ВЛИЯНИЕ ПЕРЕХОДА ТЕМПЕРАТУРЫ ВОЗДУХА ЧЕРЕЗ НУЛЕВОЕ ЗНАЧЕНИЕ НА ПОВЕРХНОСТНУЮ ЦЕЛОСТНОСТЬ ПОЛИМЕРНОГО МАТЕРИАЛА*

Часть 2. Замораживание влаги

А.Б. Лаптев¹, Г.Г. Матишов², Н.И. Булышева², М.Р. Павлов¹, Е.В. Николаев¹

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

²Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук; Ростов-на-Дону, Россия; ssc-ras@ssc-ras.ru

Аннотация. Рассмотрено влияние перехода температуры полимерного композиционного материала, насыщенного влагой, через нулевое значение. Исследовано влияние замораживания влаги в порах полимерного композита. Показано, что в порах крупнее 8 нм лед формируется постепенно, интенсивно образуясь на границе раздела «воздух–вода». Это приводит к запертию воды в замкнутом объеме. При последующем охлаждении до $-22\text{ }^{\circ}\text{C}$ и ниже давление в порах достигает 209,9 МПа из-за фазового перехода воды в лед.

Ключевые слова: климатические факторы, переход температуры через ноль, полимерный композиционный материал, замораживание льда

Для цитирования: Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Павлов М.Р., Николаев Е.В. Влияние перехода температуры воздуха через нулевое значение на поверхностную целостность полимерного материала. Часть 2. Замораживание влаги // Труды ВИАМ. 2026. № 5 (159). С. 212–224. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-212-224.

Scientific article

THE EFFECT OF THE TRANSITION OF AIR TEMPERATURE THROUGH ZERO ON THE SURFACE INTEGRITY OF A POLYMER MATERIAL

Part 2. Freezing of moisture

A.B. Laptev¹, G.G. Matishov², N.I. Bulysheva², M.R. Pavlov¹, E.V. Nikolaev¹

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

²Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Rostov-on-Don, Russia; ssc-ras@ssc-ras.ru

Abstract. The article considers the effect of the temperature transition of a polymer composite material saturated with moisture through a zero value. The study examines the effect of freezing moisture in the pores of a polymer composite. It is shown that in pores larger than 8 nm, ice forms gradually, with intense nucleation at the «air–water» interface. This leads to the trapping of water in a confined volume. Upon subsequent cooling to -22°C and below, the pressure pore rises, reaching up to 209,9 MPa due to the water-ice phase transition in a constant volume.

Keywords: climatic factors, temperature transition through zero, polymer composite material, ice freezing

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 11 (153), 2025.

For citation: Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Pavlov M.R., Nikolaev E.V. The effect of the transition of air temperature through zero on the surface integrity of a polymer material. Part 2. Freezing of moisture. *Trudy VIAM*, 2025, no. 5 (159), pp. 212–224. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-5-212-224.

Введение

Среди большого многообразия климатических факторов переход температуры окружающего воздуха от положительных к отрицательным значениям (переход через 0 °С) наименее изучен и его влияние на полимерные материалы в процессе климатического старения не учитывается [1–5]. Тем не менее переход через температуры на поверхности материала вызывает значительное ускорение процессов деструкции, выкрашивания и выветривания, что усугубляет количество скапливающихся на поверхности материала влаги и снега. Температура поверхности отличается от температуры окружающего воздуха из-за периодического воздействия солнечного излучения, ветра, механических нагрузок и существенно зависит от цвета покрытия данной поверхности. Светлая поверхность в натуральных условиях при наличии солнечного излучения имеет более низкую температуру, чем темная. Большое влияние также оказывают осадки (жидкие и твердые) – одни приводят к насыщению поверхностных слоев влагой, другие – к механическому воздействию и эрозии.

При переходе через 0 °С на сухой (не содержащей влаги) поверхности не происходят какие-либо серьезные изменения. При снижении температуры окружающего воздуха и переходе через нулевое значение влажной поверхности меняется фазовое состояние воды – образуется лед. Однако, как показывают исследования [6], даже в сухом климате (особенно при низких температурах воздуха) на поверхности присутствует влага. В зависимости от пористости материала (количества и величины пор) влага может находиться в виде мономолекулярного или полимолекулярного слоя. В зависимости от количества слоев на поверхности могут образовываться слои как аморфного, так и кристаллического льда. В процессе образования из воды кристаллов льда меняется ее плотность, происходит увеличение объема льда, который в замкнутом пространстве может привести к разрушению окружающих стенок.

В свою очередь, толщина слоя воды во многом определяется капиллярными эффектами – осмотическим давлением, поверхностным натяжением жидкости, адсорбционной способностью поверхности по отношению к воде, шероховатостью поверхности и другими факторами. Из исследований, приведенных в работе [7], известно, что образование кристалла льда при переходе температуры через нулевое значение возможно при соблюдении следующих условий: присутствие достаточного слоя воды (толщиной не менее 6 нм); снижение температуры и отсутствие избыточного давления; отсутствие в воде примесей, снижающих температуру застывания.

Следует отметить, что основные вышеупомянутые физические и химические изменения вызваны присутствием молекулярно-распределенной влаги. Согласно данным, полученным с помощью:

- дифференциальной сканирующей калориметрии в работах Цоциса Т.К. (1989 г.), Абдельмолы А. и Карлссона С. (2019 г.);
 - романовской спектроскопии в работах Бансила Р. и др. (1982 г.), Д’Арриго Д. и др. (1981 г.);
 - метода дифракции рентгеновских лучей в работе Моришиге К. (2010 г.),
- свободная вода, связанная замерзающая вода и связанная незамерзающая вода, а также замерзающая вода, доля которой преобладала, как правило, идентифицированы в полимерных матрицах полимерных композиционных материалов (ПКМ).

В приведенных исследованиях именно молекулярно-распределенная влага вызывала старение и химические реакции, активность которых усиливалась при повышении

температуры. Поэтому в регионах с теплым и жарким влажным климатом старение полимеров, вызванное воздействием воды, а также ухудшение механических свойств этих материалов происходит в большей степени, чем после воздействия последствий холодного климата.

Вторая часть работы посвящена обоснованию дополнительного вклада влаги, абсорбируемой ПКМ, в результате повышения уровня внутреннего напряжения и микротрещин в полимерных матрицах ПКМ при переходе температуры через нулевое значение.

Важной особенностью льда является его температура замерзания, которая составляет 0 °C (273 K) при стандартном давлении. Однако чистая жидкая вода может быть переохлаждена значительно ниже этой температуры без замерзания, если жидкость не подвергается механическому воздействию. Она может оставаться в жидком состоянии вплоть до своей однородной точки зародышеобразования ~231 K (–42 °C) [8]. Температура плавления обычного гексагонального льда немного снижается при умеренно высоком давлении на 0,0073 или ~0,5 °C [9], поскольку энергия стабилизации водородных связей превышает межмолекулярное отталкивание, но по мере того, как лед преобразуется в другую полиморфную структуру при давлении >209,9 МПа, температура плавления заметно увеличивается с увеличением давления, т. е. достигая температуры 355 K (82 °C) при давлении 2,216 ГПа (тройная точка льда – VII).

Теплоемкость и теплоты испарения и плавления

Скрытая теплота воды составляет 333,55 кДж/кг при температуре 0 °C: для растапливания льда требуется столько же энергии, сколько для нагревания льда с –160 °C до температуры плавления или для нагрева того же количества воды на ~80 °C. Из обычных веществ только энтальпия аммиака больше. Это свойство придает льду устойчивость к таянию.

В статье [10] рассмотрена теория замерзания воды, а особенности ее замерзания широко освещены в работах [11] и [12]. Понимание роли свободной поверхности в зарождении льда и микроскопического механизма зарождения льда на молекулярном уровне имеет решающее значение как с фундаментальной, так и с прикладной точек зрения. В работе [13] предложена теория кристаллизации на поверхности раздела фаз на основе классической теории зародышеобразования. Такое зародышеобразование вблизи свободной поверхности воды термодинамически более предпочтительно, чем в объеме, если $\sigma_{sv} - \sigma_{lv} > \sigma_{ls}$, где σ_{sv} , σ_{lv} и σ_{ls} – напряжения поверхностного натяжения на границах раздела «твердое тело–жидкость», «твердое тело–пар» и «жидкость–пар» соответственно.

Существуют две основные модели: первая включает совокупное взаимодействие всех атомов (их зарядов TIP4P/Ice) [14], где изучение статистических аспектов зарождения льда производится с использованием квантово-химических расчетов.

Вторая модель – кластерная модель воды [15], которая значительно повышает вычислительную эффективность из-за отсутствия дальнедействующих кулоновских электростатических взаимодействий. Кроме того, эта модель учитывает особенности термодинамики и структуры воды, а также позволяет рассчитывать форму льда при различном давлении окружающей среды [16], такую как гексагональная, кубическая и при температуре 0 °C. В работе [17] с использованием данной модели обнаружили, что зародышеобразование остается объемным в пленках толщиной >3,5 нм, но скорость зародышеобразования начинает уменьшаться при толщине <3,5 нм при температуре 220 K. Показано, что замерзание воды начинается вдали от границы раздела фаз «воздух–вода».

Молекулы льда, наблюдаемые в тонкой свободной пленке воды толщиной 8 нм, уравновешенной при температуре 206 K в течение 2,63 нс, приведены на рис. 1. Сравнение скорости зародышеобразования показало, что в пленках воды толщиной 8, 6 и 4 нм интенсивность зародышеобразования при разных температурах может увеличиваться на 100–500 %.

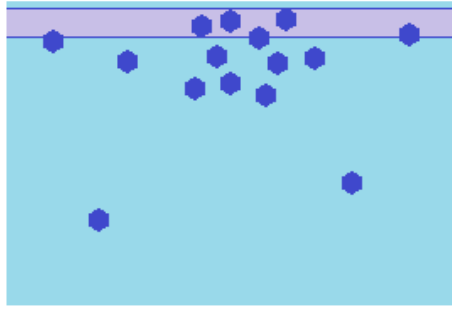


Рис. 1. Образование зародышей льда в тонкой пленке воды

Зарождение льда начинается с образования зародышей, подобных льду вида I_a , вблизи свободной поверхности, но зародыши быстро трансформируются в более стабильный обычный лед [18].

В работе [19] показано, что вода имеет ближний порядок, а лед – дальний порядок нанометровых доменов, подобных льду на границе раздела «воздух–вода». При анализе первых нескольких слоев поверхности воды идентифицирована упорядоченная локальная структура в двумерной плоскости четко определенных двух самых внешних молекулярных слоев, состоящих из пяти-, шести- и семичленных кольцевых структур молекул воды. Недавнее экспериментальное исследование двумерных кристаллов льда, сформированных на твердой подложке с использованием сканирующей туннельной микроскопии, показывает, что предупорядоченная структура двумерного гексагонального льда состоит из большого количества пяти-, шести- и семичленных кольцевых структур [20]. Это подразумевает, что поверхность воды обладает двумерной гексагональной ледяной локальной структурой.

Основную роль в зародышеобразовании льда, вызванном поверхностью, играет предварительный порядок в подповерхностных областях. Нарушение симметрии на поверхностях не только вызывает расслоение, т. е. ближний трансляционный порядок, приводящий к двумерному порядку, подобному льду, но и растягивает поверхности, что приводит к отрицательному давлению в подповерхностных областях. В то время как первый порядок способствует индукции двумерного порядка, подобного льду, второй порядок оказывает большее влияние на усиление предварительных порядков, подобных виду I_a . Это можно объяснить тем фактом, что двумерный ледяной порядок на поверхности (в отличие от случая твердого субстрата) не так устойчив из-за поверхностных флуктуаций, т. е. капиллярных волн, которые его сильно возмущают.

Градиент температуры – еще один важный фактор, с помощью которого можно контролировать зарождение кристаллов. Образование льда неоднородно распределяется в водных пленках [21]. Поверхностная подвижность воды, согласно кластерной модели, медленнее, чем внутренняя. В работе [22] для объемной воды доказано, что зарождение льда в переохлажденной воде происходит в менее подвижных областях жидкости. Это явление можно объяснить, во-первых тем, что предупорядоченные области демонстрируют более медленное образование льда в переохлажденной жидкости [23], а во-вторых, предупорядоченность облегчает зарождение кристаллов из-за соответствия угловой симметрии, что снижает энергетические затраты на линии раздела фаз «кристалл–жидкость» [24].

Безусловно, все материалы, особенно полимерные, можно сжать. Модуль объемной упругости связывает приложенное давление с относительным уменьшением объема. Модуль объемной упругости льда при температуре $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ составляет $\sim 8\text{ ГПа}$, а это означает, что для изменения объема на $-0,1\text{ }\%$ требуется давление $\sim 8\text{ МПа}$.

При замерзании воды в замкнутом и недеформируемом объеме, каким может быть трещина или пора в полимере, происходит процесс, хорошо иллюстрируемый фазовой диаграммой воды «плотность–температура» (рис. 2) [25].

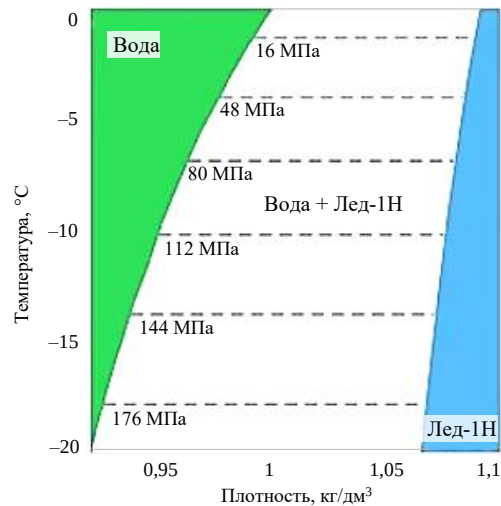


Рис. 2. Фазовая диаграмма воды [8]

По фазовой диаграмме на рис. 2 можно спрогнозировать равновесную реакцию при нагревании или охлаждении воды при постоянном объеме (при увеличении температуры) или сжатии/расширении воды при постоянной температуре. При постоянном объеме (при температуре 0 °С и плотности 1 кг/дм³) требуется избыточное давление >200 МПа при температуре 20 °С, чтобы получить даже 50%-ную смесь воды и льда.

Из приведенной на рис. 3 фазовой диаграммы состояния воды в координатах «температура–давление» [26, 27] видно, что при давлении 200 МПа вода принимает компактную структуру льда-III, с помощью которой решается проблема аномально большого объема структуры льда-I. Видно также, что лед-III образуется (в равновесии) при охлаждении до температуры 251 К (–22 °С).

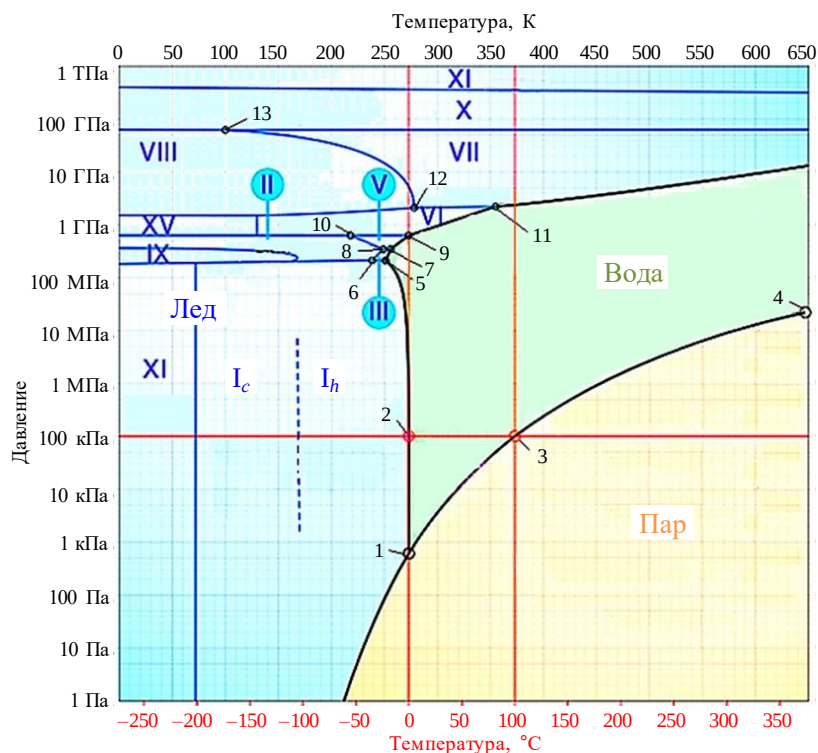


Рис. 3. Диаграмма состояния «температура–давление»

На рис. 3 показаны критические точки, значения которых описаны в табл. 1.

Таблица 1

Критические точки

Условный номер на схеме (рис. 3)	Название точки	Температура, К	Давление
1	Тройная точка (лед/вода/пар)	273,16	611,657 Па
2	Точка замерзания при атмосферном давлении	273,15	101,325 кПа
3	Точка выпаривания при атмосферном давлении	373,15	101,325 кПа
4	Критическая точка	647,946	22,064 МПа
5	Точка образования льда-III	251,165	208,9 МПа
6	Точка перехода льда-III в лед-II	238,5	212,9 МПа
7	Точка образования льда-V из воды	256,164	350,1 МПа
8	Точка перехода льда-III в лед-V	248,85	344,3 МПа
9	Точка начала образования льда-VI из воды	272,99	632,4 МПа
10	Точка окончания образования льда-V	218	620 МПа
11	Точка начала образования льда-VII	355	2,216 ГПа
12	Точка начала образования льда-VIII	278	2,1 ГПа
13	Точка образования льда-X	100	62 ГПа

В табл. 2 приведены плотности основных разновидностей льда.

Таблица 2

Разновидности кристаллической структуры и плотность льда

Кристаллическая форма льда (вид)	Плотность, кг/дм ³
Гексагональная (I _h)	0,92
Кубическая (I _c)	0,93
Ромбовидная (II)	1,17
Тетрагональная (III)	1,14
Ромбовидная (IV)	1,27
Моноклинная (V)	1,23
Тетрагональная (VI)	1,31
Кубическая (VII)	1,5
Тетрагональная (VIII)	1,46
Тетрагональная (IX)	1,16
Кубическая (X)	2,51
Орторомбическая (XI)	0,92
Псевдоорторомбическая (XV)	1,3

При дальнейшем охлаждении смеси льда-I и льда-III вода превращается в смесь льда-I и льда-II, потом – в смесь льда-IX и льда-II, а затем – в смесь льда-XI и льда-IX. Это следует из направления горизонтальной линии на рис. 3 зависимости температуры от давления и данных о том, что плотность льда-I и льда-XI составляет >1 кг/дм³,

а плотность льда-II, льда-III и льда-IX составляет $<1 \text{ кг/дм}^3$. Таким образом, для поддержания постоянного значения плотности 1 кг/дм^3 требуется комбинация льда с более высокой и более низкой плотностью. Как видно из данных рис. 3, в условиях, близких к атмосферным около поверхности Земли, замерзание воды приводит к почти мгновенному возрастанию давления – от точки 2 и выше.

Важное значение имеют не только температура и давление, но и скорость изменения этих параметров. Так, достаточно быстрое охлаждение связано с кинетическими ограничениями, которые замедляют или даже предотвращают фазовые переходы. Жидкую воду можно охладить настолько быстро (за миллисекунды), что кристаллы практически никогда не образуются, даже если термодинамическая движущая сила велика. В этом случае твердая вода находится в стеклообразном или аморфном состоянии.

При постоянном объеме и плотности воды и постепенном снижении температуры вода остынет до температуры 0°C . Затем, по мере остывания, она перейдет из состояния воды при этой температуре в состояние ледяной воды при 0°C до достижения значения давления $\sim 1 \text{ МПа}$. Затем вода остынет до температуры -22°C в виде смеси воды и льда, и для сохранения той же плотности потребуются давление $>209,9 \text{ МПа}$. При меньшем давлении и температуре ниже -22°C вода окончательно превратится в лед.

При дальнейшем снижении температуры вода охладится, как комбинация обычного льда и льда-III (тетрагонального кристаллического льда), до температуры -38°C , оставаясь при неизменном давлении. Поскольку вода охлаждается, то для поддержания ее объема постоянно требуется ненамного большее давление, чем $209,9 \text{ МПа}$. Затем лед превращается в комбинацию обычного льда и льда-II (ромбоэдрическая кристаллическая форма льда с высокоупорядоченной структурой) в соотношении приблизительно 1:1, при том же давлении. Наконец, при температуре ниже $\sim 165 \text{ К}$ образуется обычный лед и лед-IX, который охлаждается до температуры 0 К , что удивительно при приблизительно таком же давлении ($\sim 209,9 \text{ МПа}$).

При температуре $<65 \text{ К}$ лед превращается в лед-XI, который также имеет плотность $<1 \text{ кг/дм}^3$ и на самом деле является просто другой формой льда-I_h. Плотность всех этих типов льда приблизительно одинакова и отличается от 1 кг/дм^3 (табл. 2), поэтому в каждом случае при снижении температуры фазовая смесь составляет приблизительно половину каждого вещества.

В соответствии с первой частью статьи [28], вода проникает в поры и трещины на поверхности ПКМ и за счет капиллярных сил и разницы давлений проникает внутрь. Внутри образца ПКМ вода может находиться в двух видах, зависящих от геометрических размеров пор, – в виде сорбированной воды (полимолекулярный слой толщиной до 10 нм) и свободной воды (толщина слоя $>10 \text{ нм}$). В первом случае вода при замораживании образует аморфную форму, так как не хватает материала и пространства для формирования кристаллической структуры. Во втором случае вода при застывании образует кристаллический лед – лед-I_h.

В случае увеличения давления выше, чем значение прочности материала, оболочка поры или трещины, содержащей достаточный (толщиной $>8 \text{ нм}$) слой воды, может быть деформирована. Кристаллическая форма льда в замкнутом объеме поры создает давление на стенки и под действием этого давления стенки могут упруго, а затем и пластически деформироваться. Из традиционной диаграммы деформирования образцов углепластика [29] видно, что максимальная упругая деформация углепластика составляет не более 1% , в то время как лед-I_h имеет плотность $0,92 \text{ кг/дм}^3$, т. е. его объем увеличивается пропорционально снижению плотности – на $8,7\%$. При этом если

оболочке поры или трещины не удастся деформироваться упруго или сдвинуться, то оболочка неминуемо деформируется, т. е. в поре появится трещина, а трещина либо увеличится, либо появятся новые трещины.

Предел прочности при растяжении у направленно-армированных ПКМ вдоль волокон, как правило, значительно больше предела прочности поперек волокон [30].

Основные поры в массе ПКМ образуются вдоль волокон, в местах контакта волокна и связующего, поэтому влага наиболее интенсивно проникает именно через сечение образца ПКМ. При проникновении влаги трансверсально (через слой связующего) и распределении свободной влаги на границе «волокно–связующее» ее количество значительно меньше. Однако и в том, и в другом случае при переходе температуры через нулевое значение начинает образовываться лед- I_h малой плотности и большего объема в соответствии с данными рис. 3. Давление при этом увеличивается до 1 МПа, а постепенное снижение температуры до $-(5-7)^\circ\text{C}$ приводит к увеличению давления до 10 МПа и при дальнейшем снижении температуры до -22°C давление увеличивается до 200 МПа. Если значения силы адгезии и упругости связующего меньше указанных значений, происходит отрыв связующего от волокна или расширение поры/трещины в связующем. Причем этот процесс происходит по пути наименьшего сопротивления – разрушение происходит не поперек, а вдоль армирующего волокна. Этот процесс приводит к интенсивному выкрашиванию связующего на поверхности ПКМ, оголению волокон, увеличению площади поверхности и ее шероховатости, а также к дальнейшему ускорению развития процессов старения и деструкции материала.

Отрицательное воздействие перехода температуры через нулевое значение подтверждено большим количеством исследований. Например, в статье [31] разрушающее воздействие низких температур на ПКМ, содержащих влагу в капиллярах, порах и микропустотах, усиливается. Доля замерзающей воды, в свою очередь, увеличивается с ростом пористости эпоксидного полимера, изученном в работе [32]. Прочность контрольных образцов составила 16,2 МПа, а после циклирования (замораживание $\rightleftharpoons$ нагрев) она снизилась до 9,2 МПа (на 57 %). Эффект объясняется неравномерным распределением клея и возникающими в результате пустотами [33].

С другой стороны, воздействие 125 и 250 циклов (при температурах от -20 до $+20^\circ\text{C}$) на прочность клеевого соединения полимерного композита со сталью (адгезив + эпоксидная смола) изучено в работе [34]. Измерена прочность сухих образцов, а также образцов, выдержанных в дистиллированной и соленой воде при температуре 45°C в течение 90 дней (водопоглощение составило 1,7–1,4 %). Образцы, замоченные в воде, показали снижение значений предела прочности и модуля упругости при растяжении, характерных для пластификации. Дополнительные циклы «охлаждение $\rightleftharpoons$ нагрев» не выявили значительного изменения прочности. Термические циклы от -55 до $+130^\circ\text{C}$, характерные для режимов полета сверхзвукового самолета, выполняли для образцов авиационных материалов [35]. После 300 циклов изучены свойства сухого и влажного образцов с содержанием воды 0,8 %. Заметных различий в механических свойствах не наблюдалось.

Таким образом, если насыщение ПКМ водой не приводит к увеличению дефектов полимерной матрицы и ее поверхности с волокном, вода не находится в микрокапиллярах в виде отдельной фазы, а распределена в слое толщиной <8 нм при использовании полярного пластификатора, то дополнительный цикл «охлаждение $\rightleftharpoons$ нагрев» не приводит к значительному ухудшению свойств.

Заключения

При переходе температуры ПКМ через нулевое значение (замерзание) в порах размером >8 нм происходит постепенное образование кристаллов льда. Наиболее интенсивное зародышеобразование происходит на границе раздела фаз «воздух–вода», из-за чего лед образует пробку и запирает оставшуюся воду в замкнутом объеме. По мере снижения температуры и увеличения доли льда в воде (при постоянном объеме) начинает расти давление – вплоть до 1 МПа.

При снижении температуры до -22 °С давление в объеме увеличивается до 209,9 МПа. При таком давлении (напряжении) возможно повреждение не только связующего, но и армирующих стекло- и углеродных волокон.

Причины разрушения ПКМ при переходе температуры через нулевое значение: наличие пор и трещин размером >10 нм; капиллярное движение жидкости, т. е. гидрофильность поверхности поры или трещины, волокна; снижение температуры до значений, при которых давление превышает предел прочности материала.

Публикация подготовлена при финансовой поддержке Минобрнауки России (Соглашение № 075-15-2024-528 от 24.04.2024 на реализацию КНП по приоритетным направлениям научно-технологического развития).

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: 18.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. Каблов, Е.Н., Старцев В.О., Лаптев А.Б. Старение полимерных композиционных материалов. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. 536 с.
3. 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: 18.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
4. Лаптев А.Б., Павлов М.Р., Новиков А.А., Славин А.В. Современные тенденции развития испытаний материалов на стойкость к климатическим факторам (обзор). Часть 1. Испытания новых материалов // Труды ВИАМ. 2021. № 1 (95). С. 114–122. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
5. Whiteside M., Herndon J.M. Unequivocal Detection of Solar Ultraviolet Radiation 250–300 nm (UV-C) at Earth's Surface // European Journal of Applied Sciences. 2023. Vol. 11. No. 2. P. 455–472. DOI: 10.14738/aivp.112.14429.
6. Лаптев А.Б., Садков В.Р., Николаев Е.В., Зеленева Т.О. Влияние ветра на температуру и увлажнение образцов материалов при климатических испытаниях // Труды ВИАМ. 2025. № 2 (144). С. 112–120. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-112-120.
7. Tabazadeh A., Djikaev Y.S., Reiss H. Surface crystallization of supercooled water in clouds // Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America. 2002. Vol. 99. P. 15873–15878.
8. Debenedetti P.G., Stanley H.E. Supercooled and Glassy Water // Physics Today. 2003. Vol. 56. No. 6. P. 40–46. DOI: 10.1063/1.1595053.
9. Sharp R.P. Living Ice: Understanding Glaciers and Glaciation. Cambridge: Cambridge University Press, 1988. 225 p.

10. Sun G., Tanaka H. Surface-induced water crystallisation driven by precursors formed in negative pressure regions // *Nature Communications*. 2024. Vol. 15. Art. 6083. DOI: 10.1038/s41467-024-50188-1.
11. Kulmala M. How Particles Nucleate and Grow // *Science*. 2003. Vol. 302. No. 5647. P. 1000–1001. DOI: 10.1126/science.1090848.
12. Herbert R.J., Murray B.J., Dobbie S.J. et al. Sensitivity of liquid clouds to homogenous freezing parameterizations // *Geophysical Research Letters*. 2015. Vol. 42. P. 1599–1605.
13. Djikaev Y.S., Tabazadeh A., Hamill P. et al. Thermodynamic conditions for the surface-stimulated crystallization of atmospheric droplets // *The Journal of Physical Chemistry A*. 2002. Vol. 106. No. 43. P. 10247–10253. DOI: 10.1021/jp0259234.
14. Espinosa J.R., Sanz E., Valeriani C. et al. Homogeneous ice nucleation evaluated for several water models // *The Journal of Chemical Physics*. 2014. Vol. 141. Is. 18. Art. 18C529. DOI: 10.1063/1.4897524.
15. Molinero V., Moore E.B. Water modeled as an intermediate element between carbon and silicon // *The Journal of Physical Chemistry B*. 2009. Vol. 113. No. 13. P. 4008–4016. DOI: 10.1021/jp805227c.
16. Russo J., Romano F., Tanaka H. New metastable form of ice and its role in the homogeneous crystallization of water // *Nature Materials*. 2014. Vol. 13. P. 733–739. DOI: 10.1038/nmat3977.
17. Hayton J.A., Davies M.B., Whale T.F. et al. The limit of macroscopic homogeneous ice nucleation at the nanoscale // *Faraday Discussions*. 2024. Vol. 249. P. 210–228. DOI: 10.1039/D3FD00118J.
18. Abascal J.L.F., Sanz E., García Fernández R. et al. A potential model for the study of ices and amorphous water: TIP4P/Ice // *The Journal of Chemical Physics*. 2005. Vol. 122. Is. 23. Art. 234511. DOI: 10.1063/1.1931662.
19. Odendahl N.L., Geissler P.L. Local ice-like structure at the liquid water surface // *Journal of the American Chemical Society*. 2022. Vol. 144. No. 25. P. 11178–11188. DOI: 10.1021/jacs.2c01739.
20. Ma R., Cao D., Zhu Ch. et al. Atomic imaging of the edge structure and growth of a two-dimensional hexagonal ice // *Nature*. 2020. Vol. 577. P. 60–63. DOI: 10.1038/s41586-019-1853-4.
21. Lü Y., Zhang X., Chen M. Size effect on nucleation rate for homogeneous crystallization of nanoscale water film // *The Journal of Physical Chemistry B*. 2013. Vol. 117. No. 35. P. 10241–10249. DOI: 10.1021/jp405585d.
22. Fitzner M., Sosso G.C., Cox S.J. et al. Ice is born in low-mobility regions of supercooled liquid water // *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*. 2019. Vol. 116. No. 5. P. 2009–2014. DOI: 10.1073/pnas.1817135116.
23. Russo J., Tanaka H. Crystal nucleation as the ordering of multiple order parameters // *The Journal of Chemical Physics*. 2016. Vol. 145. Is. 21. Art. 211801. DOI: 10.1063/1.4962166.
24. Russo J., Romano F., Tanaka H. Glass forming ability in systems with competing orderings // *Physical Review X*. 2018. Vol. 8. Is. 2. Art. 021040. DOI: 10.1103/PhysRevX.8.021040.
25. Powell-Palm M.J., Rubinsky B., Sun W. Freezing water at constant volume and under confinement // *Communications Physics*. 2020. Vol. 3. Art. 39. DOI: 10.1038/s42005-020-0303-9.
26. Falenty A., Hansen T.C., Kuhs W.F. Formation and properties of ice XVI obtained by emptying a type sII clathrate hydrate // *Nature*. 2014. Vol. 516. No. 7530. P. 231–233. DOI: 10.1038/nature14014.
27. Strobel T.A., Somayazulu M., Sinogeikin S.V. et al. Hydrogen-Stuffed, Quartz-like Water Ice // *Journal of the American Chemical Society*. 2016. Vol. 138. No. 42. P. 13786–13789. DOI: 10.1021/jacs.6b06986.
28. Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Кривушина А.А., Павлов М.Р., Николаев Е.В. Влияние перехода температуры воздуха через нулевое значение на поверхностную целостность полимерного материала. Часть 1. Увлажнение // *Труды ВИАМ*. 2025. № 11 (153). С. 147–156. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.

29. Лобанов Д.С., Вильдеман В.Э., Бабин А.Д. и др. Экспериментальное исследование влияния внешних воздействующих факторов и эксплуатационных загрязнений на работоспособность полимерных волокнистых композиционных материалов // *Механика композитных материалов*. 2015. Т. 51. № 1. С. 97–108.
30. Колобков А.С. Полимерные композиционные материалы для различных конструкций авиационной техники (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 6–7 (89). С. 38–44. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.
31. Startsev O.V., Kychkin A.K., Lebedev M.P. et al. Effects of moisture on aging of polymer composite materials in a cold climate // *Procedia Structural Integrity*. 2020. Vol. 30. P. 162–166. DOI: 10.1016/j.prostr.2020.12.025.
32. Abdelmola F., Carlsson L.A. State of Water in Void-Free and Void-Containing Epoxy Samples // *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2019. Vol. 26. P. 556–566.
33. Karbhari V.M. Response of Fiber-Reinforced Polymer Concrete Subjected to Freezing and Freeze-Thaw Cycles // *Construction and Building Composites*. 2002. Vol. 6. P. 35–40.
34. Heshmati M., Haghani R., Al-Emrani M. Durability of GFRP/Steel under Cyclic Wet-Dry and Freeze-Thaw Conditions // *Composites Part B: Engineering*. 2017. Vol. 126. P. 211–226.
35. Jeddí J., Jacquemin F., Vautrin A. Accelerated Hygrothermal Cyclic Tests for Carbon-Epoxy Laminates // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2006. Vol. 37. P. 636–645.

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: November 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. Kablov E.N., Startsev V.O., Laptev A.B. *Aging of polymer composite materials*. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, 536 p.
3. 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: November 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-2-32-51.
4. Laptev A.B., Pavlov M.R., Novikov A.A., Slavin A.V. Current trends in the development of testing materials for resistance to climate factors (review). Part 1. Testing of new materials. *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), pp. 114–122. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-114-122.
5. Whiteside M., Herndon J.M. Unequivocal Detection of Solar Ultraviolet Radiation 250–300 nm (UV-C) at Earth's Surface. *European Journal of Applied Sciences*, 2023, vol. 11, no. 2, pp. 455–472. DOI: 10.14738/aivp.112.14429.
6. Laptev A.B., Sadkov V.R., Nikolaev E.V., Zeleneva T.O. Effect of wind on temperature and moisture content of material samples during climatic tests. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 112–120. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-2-112-120.
7. Tabazadeh A., Djikaev Y.S., Reiss H. Surface crystallization of supercooled water in clouds. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2002, vol. 99, pp. 15873–15878.
8. Debenedetti P.G., Stanley H.E. Supercooled and Glassy Water. *Physics Today*, 2003, vol. 56, no. 6, pp. 40–46. DOI: 10.1063/1.1595053.
9. Sharp R.P. *Living Ice: Understanding Glaciers and Glaciation*. Cambridge: Cambridge University Press, 1988, 225 p.
10. Sun G., Tanaka H. Surface-induced water crystallisation driven by precursors formed in negative pressure regions. *Nature Communications*, 2024, vol. 15, art. 6083. DOI: 10.1038/s41467-024-50188-1.

11. Kulmala M. How Particles Nucleate and Grow. *Science*, 2003, vol. 302, no. 5647, pp. 1000–1001. DOI: 10.1126/science.1090848.
12. Herbert R.J., Murray B.J., Dobbie S.J. et al. Sensitivity of liquid clouds to homogenous freezing parameterizations. *Geophysical Research Letters*, 2015, vol. 42, pp. 1599–1605.
13. Djikaev Y.S., Tabazadeh A., Hamill P. et al. Thermodynamic conditions for the surface-stimulated crystallization of atmospheric droplets. *The Journal of Physical Chemistry A*, 2002, vol. 106, no. 43, pp. 10247–10253. DOI: 10.1021/jp0259234.
14. Espinosa J.R., Sanz E., Valeriani C. et al. Homogeneous ice nucleation evaluated for several water models. *The Journal of Chemical Physics*, 2014, vol. 141, is. 18, art. 18C529. DOI: 10.1063/1.4897524.
15. Molinero V., Moore E.B. Water modeled as an intermediate element between carbon and silicon. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2009, vol. 113, no. 13, pp. 4008–4016. DOI: 10.1021/jp805227c.
16. Russo J., Romano F., Tanaka H. New metastable form of ice and its role in the homogeneous crystallization of water. *Nature Materials*, 2014, vol. 13, pp. 733–739. DOI: 10.1038/nmat3977.
17. Hayton J.A., Davies M.B., Whale T.F. et al. The limit of macroscopic homogeneous ice nucleation at the nanoscale. *Faraday Discussions*, 2024, vol. 249, pp. 210–228. DOI: 10.1039/D3FD00118J.
18. Abascal J.L.F., Sanz E., García Fernández R. et al. A potential model for the study of ices and amorphous water: TIP4P/Ice. *The Journal of Chemical Physics*, 2005, vol. 122, is. 23, art. 234511. DOI: 10.1063/1.1931662.
19. Odendahl N.L., Geissler P.L. Local ice-like structure at the liquid water surface. *Journal of the American Chemical Society*, 2022, vol. 144, no. 25, pp. 11178–11188. DOI: 10.1021/jacs.2c01739.
20. Ma R., Cao D., Zhu Ch. et al. Atomic imaging of the edge structure and growth of a two-dimensional hexagonal ice. *Nature*, 2020, vol. 577, pp. 60–63. DOI: 10.1038/s41586-019-1853-4.
21. Lü Y., Zhang X., Chen M. Size effect on nucleation rate for homogeneous crystallization of nanoscale water film. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2013, vol. 117, no. 35, pp. 10241–10249. DOI: 10.1021/jp405585d.
22. Fitzner M., Sosso G.C., Cox S.J. et al. Ice is born in low-mobility regions of supercooled liquid water. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2019, vol. 116, no. 5, pp. 2009–2014. DOI: 10.1073/pnas.1817135116.
23. Russo J., Tanaka H. Crystal nucleation as the ordering of multiple order parameters. *The Journal of Chemical Physics*, 2016, vol. 145, is. 21, art. 211801. DOI: 10.1063/1.4962166.
24. Russo J., Romano F., Tanaka H. Glass forming ability in systems with competing orderings. *Physical Review X*, 2018, vol. 8, is. 2, art. 021040. DOI: 10.1103/PhysRevX.8.021040.
25. Powell-Palm M.J., Rubinsky B., Sun W. Freezing water at constant volume and under confinement. *Communications Physics*, 2020, vol. 3, art. 39. DOI: 10.1038/s42005-020-0303-9.
26. Falenty A., Hansen T.C., Kuhs W.F. Formation and properties of ice XVI obtained by emptying a type sII clathrate hydrate. *Nature*, 2014, vol. 516, no. 7530, pp. 231–233. DOI: 10.1038/nature14014.
27. Strobel T.A., Somayazulu M., Sinogeikin S.V. et al. Hydrogen-Stuffed, Quartz-like Water Ice. *Journal of the American Chemical Society*, 2016, vol. 138, no. 42, pp. 13786–13789. DOI: 10.1021/jacs.6b06986.
28. Laptev A.B., Matishov G.G., Krivushina A.A., Pavlov M.R., Nikolaev E.V. The effect of the transition of air temperature through zero on the surface integrity of a polymer material. Part 1. Moistening. *Trudy VIAM*, 2025, no. 11 (153), pp. 147–156. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 26, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-11-147-156.
29. Lobanov D.S., Vildeman V.E., Babin A.D. et al. Experimental study of the influence of external factors and operational contaminants on the performance of polymer fiber composite materials. *Mekhanika kompozitnykh materialov*, 2015, vol. 51, no. 1, pp. 97–108.
30. Kolobkov A.S. Polymer composite materials for various aircraft structures (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 6–7 (89), pp. 38–44. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-38-44.

31. Startsev O.V., Kychkin A.K., Lebedev M.P. et al. Effects of moisture on aging of polymer composite materials in a cold climate. *Procedia Structural Integrity*, 2020, vol. 30, pp. 162–166. DOI: 10.1016/j.prostr.2020.12.025.
32. Abdelmola F., Carlsson L.A. State of Water in Void-Free and Void-Containing Epoxy Samples. *Journal of Reinforced Plastics and Composites*, 2019, vol. 26, pp. 556–566.
33. Karbhari V.M. Response of Fiber-Reinforced Polymer Concrete Subjected to Freezing and Freeze-Thaw Cycles. *Construction and Building Composites*, 2002, vol. 6, pp. 35–40.
34. Heshmati M., Haghani R., Al-Emrani M. Durability of GFRP/Steel under Cyclic Wet-Dry and Freeze-Thaw Conditions. *Composites Part B: Engineering*, 2017, vol. 126, pp. 211–226.
35. Jeddí J., Jacquemin F., Vautrin A. Accelerated Hygrothermal Cyclic Tests for Carbon-Epoxy Laminates. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2006, vol. 37, pp. 636–645.

Информация об авторах

Лаптев Анатолий Борисович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Матишов Геннадий Григорьевич, научный руководитель, академик РАН, ЮНЦ РАН, ssc-ras@ssc-ras.ru

Булышева Наталья Ивановна, заведующая лабораторией, к.б.н., ЮНЦ РАН, ssc-ras@ssc-ras.ru

Павлов Михаил Рашитович, ведущий научный сотрудник, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Николаев Евгений Владимирович, заместитель начальника Испытательного центра, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Anatoly B. Laptev, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Gennady G. Matishov, Scientific Adviser, Academician of the RAS, SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

Natalia I. Bulysheva, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Bio.), SSC of the RAS, ssc-ras@ssc-ras.ru

Mikhail R. Pavlov, Leading Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgeny V. Nikolaev, Deputy Head of Testing Center, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 11.12.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 17.12.2025.
The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 17.12.2025.

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