

№6
(160)
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

№ 6 (160) июнь 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>

Сетевое издание зарегистрировано Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций. Регистрационный номер Эл № ФС77-82768 от 27.01.2022

Распространяется бесплатно посредством информационно-телекоммуникационной сети Интернет.

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

Журнал входит в Российский индекс научного цитирования (РИНЦ),
реферативно-информационную базу данных RSCI (Russian Science Index на платформе Web of Science)
Журнал входит в Международную ассоциацию издателей (PILA – Publishers International Linking Association).
Всем статьям, публикуемым в журнале, присваиваются индексы DOI (Digital Object Identifier).

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

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

ТРУДЫ ВИАМ

TRUDY VIAM

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ

SCIENTIFIC AND TECHNICAL JOURNAL

СОДЕРЖАНИЕ

Жаропрочные сплавы и стали

Карашаев М.М., Петрушин Н.В., Зайцев Д.В., Светлов И.Л. Формирование структуры при горячей пластической деформации никелевого жаропрочного сплава с нулевым γ/γ' -мисфитом

Яшин М.С., Шпагин А.С., Востриков А.В. Повышение механических характеристик гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов путем их комплексного легирования

Князев А.Е., Мин П.Г., Логунов А.В. Особенности изготовления и заполнения крупногабаритных и кольцевых капсул в металлургии гранул. Анализ формоизменения после горячего изостатического прессования

Власов И.И., Севальнев Г.С., Валухова И.В., Дьяченко О.А. Анализ параметров деформационного упрочнения многокомпонентного высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC по модели Джонсона–Кука

Коробова Е.Н., Курпякова Н.А., Дорошенко А.В., Громов В.И. Исследование микроструктуры теплостойкой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после горячей пластической деформации

Легкие сплавы

Швецова А.Н. Исследование факторов наводороживания титанового сплава типа VT14 для изготовления стандартных образцов содержания водорода

Полимерные материалы

Бутузов А.В. Изучение химической сборки макромолекул в процессе гидролитической поликонденсации 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана

CONTENTS

Heat-resistant alloys and steels

Karashaev M.M., Petrushin N.V., Zaitsev D.V., Svetlov I.L. Structure formation during hot plastic deformation of a nickel high-temperature alloy with zero γ/γ' -misfit

Yashin M.S., Shpagin A.S., Vostrikov A.V. Improvement of the mechanical properties of granulated heat-resistant nickel-based alloys by their complex alloying

Knyazev A.E., Min P.G., Logunov A.V. Features of manufacturing and filling large-sized and ring-shaped capsules in granule metallurgy. Analysis of shape change after hot isostatic pressing

Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Valyuhova I.V., Dyachenko O.A. Analysis of the parameters of deformation hardening of a multicomponent high-entropy alloy of the NiCoCrWReNbAlTiC system according to the Johnson–Cook model

Korobova E.N., Kurpyakova N.A., Doroshenko A.V., Gromov V.I. Microstructure study of heat-resistant high-carbon complex-alloyed steel after hot plastic deformation

Light-metal alloys

Shvetsova A.N. Research of the process of hydrogen saturation of standard samples of titanium alloy type VT14

Polymer materials

Butuzov A.V. The study of chemical assembly of macromolecules in hydrolytic polycondensation of 1,1,3,3-tetramethyl-1,3-diethoxydisiloxane

Композиционные материалы

Исаев А.Ю., Путилина П.М., Старков А.И. 86
Прочность углепластиков после воздействия эксплуатационных факторов

Вахрушева Я.А., Ткачук А.И., Афанасьева Е.А., Куршев Е.В., Лонский С.Л. 96
Перспективное эпоксидное связующее марки ВСЭ-81 для входного контроля качества углеродного волокна

Беспалов А.С. 108
Носители катализаторов на основе оксида алюминия

Платонова Я.Б., Леонов А.А., Кириллова В.А., Савилов С.В. 118
Комплексные соединения палладия как катализаторы для реакций кросс-сочетания для получения функциональных материалов. Часть 1. Реакция Соногашира

Защитные и функциональные покрытия

Лаптев А.Б., Матишов Г.Г., Булышева Н.И., Кривушина А.А., Старцев В.О. 129
Токсичность микрочастиц лакокрасочных покрытий. Часть 2. Процессы деградации и механизмы токсического воздействия

Тимошина Е.А., Кузнецова В.А., Марченко С.А., Железняк В.Г. 141
Наполнители, применяемые для создания износостойких лакокрасочных покрытий (обзор)

Испытания материалов

Иваньков Р.Р., Сидорина А.И., Котомин С.В. 154
Взаимосвязь смачиваемости волокна и величины адгезии в системе «волокно–полимерная матрица»

Барботько С.Л., Боченков М.М., Клименко О.Н. 166
Влияние пространственной ориентации наполнителя в однонаправленных углепластиках на характеристики тепловыделения при горении

Кривушина А.А., Старцев В.О. 176
Идентификация коллекции мицелиальных грибов НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ молекулярно-генетическими методами. Часть 3

Composite materials

Isaev A.Yu., Putilina P.M., Starkov A.I.
Strength of carbon fiber reinforced plastics after exposure to operational factors

Vakhrusheva Ya.A., Tkachuk A.I., Afanaseva E.A., Kurshev E.V., Lonskii S.L.
Perspective epoxy resin system VSE-81 for incoming quality inspection of carbon fiber

Bespalov A.S.
Aluminum oxide-based catalyst carriers

Platonova Ya.B., Leonov A.A., Kirillova V.A., Savilov S.V.
Palladium complex compounds as catalysts for cross-coupling reactions for obtaining functional materials. Part 1. Sonogashira reaction

Protective and functional coatings

Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O.
Toxicity of microparticles of paint coatings. Part 2. Degradation processes and mechanisms of toxic effects

Timoshina E.A., Kuznetsova V.A., Marchenko S.A., Zheleznyak V.G.
Fillers used to create wear-resistant paint and varnish coatings (review)

Material tests

Ivankov R.R., Sidorina A.I., Kotomin S.V.
The relationship between fiber wettability and adhesion value in the «fiber–polymer matrix» system

Barbotko S.L., Bochenkov M.M., Klimenko O.N.
The influence of spatial orientation of the filler in unidirectional carbon fiber reinforced plastics on the heat release characteristics during combustion

Krivushina A.A., Startsev V.O.
Identification of the mycelial fungi collection of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM by molecular genetic methods. Part 3

Научная статья

УДК 669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-3-18

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НИКЕЛЕВОГО ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА С НУЛЕВЫМ γ/γ' -МИСФИТОМ

М.М. Карашаев¹, Н.В. Петрушин¹, Д.В. Зайцев¹, И.Л. Светлов¹

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

Аннотация. С помощью метода просвечивающей электронной микроскопии выявлены механизмы формирования зеренной структуры при горячей деформации и микроструктуры при последующей полной термической обработке в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области экспериментального никелевого жаропрочного сплава с нулевым γ/γ' -мисфитом для дисков газотурбинных двигателей, химический состав которого разработан на основе гранулированного никелевого жаропрочного сплава ВЖ178П с применением методов компьютерного конструирования. Проанализированы механизмы ползучести при температурах 750 и 850 °С экспериментального деформированного сплава в термически обработанном состоянии.

Ключевые слова: деформируемые никелевые жаропрочные сплавы, горячая деформация, зеренная структура, рекристаллизация, γ' -фаза, деформационные дефекты, микро segregация легирующих элементов, механизмы ползучести

Для цитирования: Карашаев М.М., Петрушин Н.В., Зайцев Д.В., Светлов И.Л. Формирование структуры при горячей пластической деформации никелевого жаропрочного сплава с нулевым γ/γ' -мисфитом // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 3–18. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-3-18.

Scientific article

STRUCTURE FORMATION DURING HOT PLASTIC DEFORMATION OF A NICKEL HIGH-TEMPERATURE ALLOY WITH ZERO γ/γ' -MISFIT

M.M. Karashaev¹, N.V. Petrushin¹, D.V. Zaitsev¹, I.L. Svetlov¹

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

Abstract. In this work, using the method of transmission electron microscopy, the mechanisms of grain structure formation during hot deformation and microstructure formation during subsequent full heat treatment in the two-phase ($\gamma + \gamma'$)-region of an experimental nickel-based superalloy with zero γ/γ' -misfit for gas turbine engine disks have been identified. The chemical composition of this alloy was developed based on a granular nickel-based superalloy VZh178P using the method of computer design. Creep mechanisms at temperatures of 750 and 850 °C for an experimental deformed alloy in a heat-treated state were analyzed.

Keywords: deformable nickel-based superalloys, hot deformation, grain structure, recrystallization, γ' phase, deformation defects, microsegregation of alloying elements, creep mechanisms

For citation: Karashaev M.M., Petrushin N.V., Zaitsev D.V., Svetlov I.L. Structure formation during hot plastic deformation of a nickel high-temperature alloy with zero γ/γ' -misfit. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 3–18. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-3-18.

Введение

Для обеспечения необходимого ресурса газотурбинных двигателей деформируемые никелевые жаропрочные сплавы (НЖС) должны обладать повышенной конструкционной прочностью во всем интервале рабочих температур 650–800 °С. Это достигается формированием гетерофазной микроструктуры сплавов, состоящей из матричного никелевого γ -твердого раствора с гранцентрированной кубической решеткой, упрочненного дисперсными микрочастицами γ' -фазы на основе интерметаллида Ni_3Al с объемной долей до 45 % и карбидами MC (где $\text{M} - \text{Ti, Nb, Ta}$). В зависимости от легирования и условий эксплуатации в этих сплавах образуются карбидные фазы типа M_{23}C_6 и M_6C (где $\text{M} - \text{Cr, Mo, W}$). Для совершенствования существующих и разработки новых НЖС для дисков газотурбинных двигателей с повышенными эксплуатационными характеристиками необходимо понимание эволюции микроструктуры сплавов в процессе ползучести, а также механизмов их пластической деформации в зависимости от температуры и механических нагрузок [1–3].

Еще одним немаловажным фактором, определяющим комплекс механических характеристик дисковых сплавов, является технологический маршрут производства окончательного изделия. Частным случаем является технология горячей деформации сплава, от которой во многом зависит степень протекания процессов рекристаллизации, формирующих структуру перед термической обработкой.

Для достижения высоких прочностных характеристик дисков из деформируемых НЖС, получаемых методом горячей деформации, чрезвычайно важно обеспечить формирование мелкозеренной структуры материала с размером зерна γ -твердого раствора в пределах от 10 до 20 мкм [4].

В производственных условиях, несмотря на жесткий контроль размера зерна в получаемых поковках, в некоторых случаях могут возникать изолированные крупные (аномальные) видимые зерна в локальных областях материала с низкой степенью накопленной деформации. Рост таких аномально крупных зерен в деформируемых НЖС после их термической обработки при температуре выше температуры сольвуса связан с критической степенью деформации. Механизм появления таких участков объясняется неоднородностью деформации разных зерен при небольших степенях деформации, когда при нагреве становится возможным рост менее деформированных зерен за счет более деформированных.

Кинетику образования и роста аномально крупных зерен в НЖС марки Inconel 718 исследовали в работе [5]. Авторы установили, что аномальный рост зерен происходил в деформированном сплаве при его последующем нагреве в однофазной γ -области в зонах материала поковки, обедненных частицами δ -фазы (Ni_3Nb). Аномальный рост зерен становился заметным при уменьшении степени и скорости деформации.

В работе [6] на примере НЖС марки RR1000 установлено, что существует диапазон степеней деформации, при которых происходит неоднородное увеличение размера зерен в сплаве во время медленного нагрева, приводящего к их аномальному росту. Данный процесс имеет свои ограничения. Например, при увеличении скоростей деформации и нагрева, а также снижении температуры данный процесс можно подавить. Обнаруженный механизм аномального роста зерен наблюдали при низких скоростях деформации в интервале, где реализуется механизм сверхпластической деформации. Считается, что аномальный рост зерен отличается от критического механизмом. При критическом росте зерен скорость деформации выше, чем при аномальном.

С помощью анализа методом дифракции обратноотраженных электронов (Electron Backscatter Diffraction – EBSD) исследованы изменения в микроструктуре НЖС марки Inconel 718 при горячей деформации образцов [7]. Особое внимание уделено

образованию в процессе динамической рекристаллизации разориентированных субзерен, границы которых являются зародышами большинства новых рекристаллизованных зерен. Разработана модель, которая учитывает кинетику процесса при образовании на частицах δ -фазы (Ni_3Nb) новых зерен в исследуемом сплаве.

При горячей деформации НЖС марки Rene 88DT выявлено два различных механизма пластической деформации сплава [8]. Установлено, что при низких скоростях деформации доминирует механизм скольжения дислокаций по границам зерен. При высоких скоростях деформации наблюдали процесс динамической рекристаллизации в местах с более высоким уровнем накопленной деформации в отдельных зернах. Процесс динамической рекристаллизации возникал при превышении угла разориентировки между двумя соседними субзернами на ~ 5 градусов.

Исследованы механизмы пластической деформации в НЖС марки ATI 718Plus [9]. С помощью метода просвечивающей электронной микроскопии в деформированных при различных температурах и скоростях деформации зернах наблюдали механизм микродвойникования. При скоростях деформации, равных $\sim 0,01 \text{ с}^{-1}$, и температурах до 1025°C микроструктура сплава содержала деформированные посредством микродвойникования зерна. Сделан вывод, что низкая энергия дефектов упаковки, равная $\sim 15 \text{ мДж/м}^2$, вызывала образование этих микродвойников. Двойникующие дислокации в большинстве случаев испускались от границ зерен.

В работе [10] исследован механизм растворения фазы η (Ni_3Ti) при горячей деформации НЖС марки ATI 718Plus. Результаты показали, что с увеличением степени деформации количество динамически рекристаллизованных зерен в γ -матрице увеличивается. Пластическая деформация способствует накоплению дислокаций на границах η -фазы, что приводит к формированию субзерен и последующему их превращению в динамически рекристаллизованные зерна. С увеличением степени деформации разориентировка субзерен и рост динамически рекристаллизованных зерен вызывают разрушение η -фазы. Из-за несовместимых упругих напряжений между η -фазой и γ -матрицей на интерфейсе γ/η накапливаются дислокации, что впоследствии приводит к потере когерентности и разрушению η -фазы. Более того, дислокации вокруг η -фазы могут служить каналами диффузии, способствуя растворению η -фазы и вызывая градиент распределения концентрации элементов от η -фазы к γ -матрице.

В работе [11] методом EBSD-анализа исследовано поведение сплава марки Inconel 718 при горячей деформации образцов в диапазоне температур $950\text{--}1100^\circ\text{C}$ и скоростях деформации $0,001\text{--}1 \text{ с}^{-1}$ при истинных деформациях 0,05; 0,2; 0,4 и 0,7. Результаты исследования показали, что динамическая рекристаллизация происходит при увеличении степени деформации и температуры, но при снижении скорости деформации. Исследования микроструктуры продемонстрировали, что механизм прерывистой динамической рекристаллизации (Discontinuous Dynamic Recrystallization – DDRX), характеризующийся выпячиванием границ зерен, является доминирующим механизмом зародышеобразования на ранних стадиях пластической деформации, при которой образование зародышей динамической рекристаллизации происходит за счет образования двойников позади выпяченных областей. Установлено, что при низкой температуре и высоких скоростях и степенях деформации имеет место механизм непрерывной динамической рекристаллизации (Continuous Dynamic Recrystallization – CDRX).

Результаты работы [12] показывают, что доли динамически рекристаллизованных зерен и границ зерен с большим углом наклона увеличиваются с повышением степени деформации образцов из НЖС, деформированных при температуре выше и ниже температуры γ' -солюvus. Показано, что миграция границ зерен, вызванная высвобождением закрепленных границ из частиц упрочняющей γ' -фазы, способствует зарождению

микродвойников и образованию множества дефектов при температуре ниже температуры сольвус. Установлено, что механизм DDRX доминировал в процессе динамической рекристаллизации в обоих случаях. Механизм CDRX был вспомогательным и имел особое значение для пластической деформации при пониженных температурах.

При исследовании механизмов динамической рекристаллизации в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области наблюдали дислокационные ступеньки на границах зерен, которые обеспечивали снижение энергии дефектов упаковки [13].

В работе [14] исследованы механизмы динамической рекристаллизации и влияние упрочняющей γ' -фазы на эволюцию микроструктуры нового деформируемого никелевого сплава при температуре 1075 °С и скорости деформации 0,01 с⁻¹. Результаты показали, что механизм динамической рекристаллизации значительно изменяется с увеличением степени деформации. При истинной деформации 0,07 доминирующим механизмом является DDRX. С увеличением этого показателя до значения 0,13 прерывистый механизм динамической рекристаллизации преобразуется в непрерывный (CDRX), а при дальнейшем повышении до 0,20 происходит рост зерен. Кроме того, из-за наличия в сплаве упорядоченной структуры L1₂ γ' -фазы с увеличением степени деформации происходит постепенное накопление дислокаций и дефектов упаковки в γ' -фазе, тогда как плотность дислокаций в γ -матрице сначала возрастает, а затем снижается.

Описан новый механизм динамической рекристаллизации в деформируемых НЖС в интервале температур двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области [15]. Этот механизм заключается в образовании рекристаллизованных зерен обратным ($\gamma' \rightarrow \gamma$)-превращением зерен с одинаковой кристаллографической ориентацией. Особенность данного процесса состоит в том, что после начала пластической деформации γ -матрицы частицы когерентной γ' -фазы растут под действием движущей силы, связанной с разностью накопленной при пластической деформации энергии. На примере НЖС марки Rene 65 показано, что механизм гетероэпитаксиальной рекристаллизации реализуется следующим образом. Вначале при низких степенях деформации растут зерна. Затем запускается механизм прерывистой динамической рекристаллизации через классическое зародышеобразование с формированием структуры типа «ожерелье». Показано, что гетероэпитаксиальная рекристаллизация протекает быстрее с увеличением скорости деформации и при более низких температурах. Данный механизм реализован в деформируемых НЖС марок Udimet720 и RR1000.

В работе [16] показано, что фазовое превращение происходит в крупных первичных частицах упрочняющей γ' -фазы при медленном охлаждении с высокой температуры перед процессом горячей деформации. Затем в процессе горячей деформации под действием разницы накопленной энергии между γ - и γ' -фазами этот механизм приводит к формированию рекристаллизованных зерен, полностью окружающих частицы γ' -фазы и имеющих ту же кристаллографическую ориентацию, что и γ' -фаза.

Цель работы – установление механизмов формирования зеренной структуры при горячей деформации экспериментального НЖС с нулевым γ/γ' -мисфитом, исследование микроструктуры и сегрегации легирующих элементов на деформационных дефектах, образующихся в процессе ползучести при температурах 750 и 850 °С деформированного сплава в термически обработанном состоянии.

Материалы и методы

Объектом исследования служили образцы, вырезанные из деформированной заготовки (шайбы) из экспериментального НЖС типа ВЖ178П, химический состав которого рассчитан методом компьютерного конструирования [17] в работе [18].

Незначительно уступая сплаву ВЖ178П по количеству упрочняющей γ' -фазы и температуре γ' -сольвус, экспериментальный сплав с нулевым γ/γ' -мисфитом имеет существенное преимущество по фазовой стабильности.

Для экспериментального сплава рассчитанное значение γ/γ' -мисфита составило $\delta = 0,004 \%$ ($a_\gamma \approx a_{\gamma'}$, 20 °C). В этом случае в сплаве между γ -твердым раствором и микрочастицами γ' -фазы осуществляется когерентная связь без упругой деформации их кристаллических решеток и, следовательно, морфология γ' -частиц определяется только фактором минимизации поверхностной энергии границы раздела фаз [19, 20], т. е. должна быть сферической, что подтверждено экспериментально [21].

Литая заготовка из экспериментального сплава с поликристаллической структурой (длина 90 мм, диаметр 25 мм) получена методом вакуумной индукционной плавки шихтовых материалов с последующим вакуумным переплавом полученного слитка и литьем методом равноосной кристаллизации. Далее литую заготовку подвергли гомогенизирующему отжигу при температуре выше температуры γ' -сольвус с последующим замедленным охлаждением до комнатной температуры, а затем коагуляционному отжигу в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области с последующими многостадийной осадкой в закрытом контейнере и полной термической обработкой. Диаметр полученной экспериментальной шайбы составил 150 мм, а высота 20 мм. Ее внешний вид до и после полной термической обработки представлен на рис. 1. Отметим, что выбор температурных параметров гомогенизирующего отжига литой заготовки и последующих технологических переделов осуществляли, используя данные по температурам фазовых превращений в сплаве, которые определяли методом дифференциального термического анализа на образцах (диск диаметром 4 мм, толщиной 1,5 мм; скорость нагрева в атмосфере гелия 10 мм/мин), вырезанных из литой заготовки сплава.

Для литого экспериментального жаропрочного никелевого сплава определены температуры γ' -сольвус (полного растворения γ' -фазы в матричном γ -твердом растворе) T_γ , солидус T_S , начала образования МС-карбидов при кристаллизации сплава T_{MC} , ликвидус T_L , °C:

T_γ	T_S	T_{MC}	T_L
1195	1258	1333	1349

После получения деформированной заготовки перед процессом полной термической обработки отобраны образцы для исследований микроструктуры и механизмов пластической деформации сплава. Из вырезанных образцов методом электролитической полировки приготовлены фольги, которые исследовали на просвечивающем электронном микроскопе.

Из термически обработанной шайбы вырезаны заготовки и изготовлены образцы с рабочей частью 25 мм и диаметром 5 мм, которые испытаны в соответствии с ГОСТ 3248–81 на ползучесть до разрыва при температуре 750 °C и напряжении 650 МПа в течение 112 ч, а также при температуре 850 °C и напряжении 300 МПа в течение 212 ч.

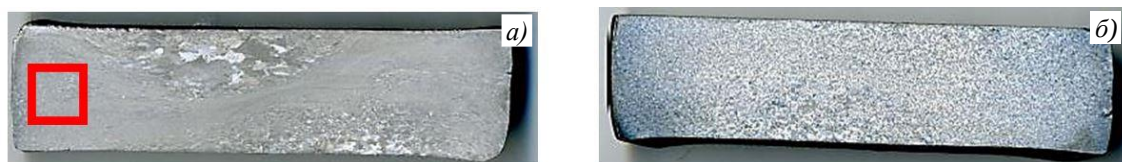


Рис. 1. Внешний вид шайб из экспериментального сплава после горячей деформации (а) и полной термической обработки (б). Красным цветом выделена область вырезки образца для исследования микроструктуры

Микроструктуру сплава исследовали на просвечивающем электронном микроскопе. Локальный химический состав фазовых составляющих определяли методом рентгеноспектрального микроанализа с применением энергодисперсионного спектрометра.

Результаты и обсуждение

Микроструктура экспериментального сплава после горячей деформации

Микроструктура экспериментального сплава после горячей деформации представлена на рис. 2.

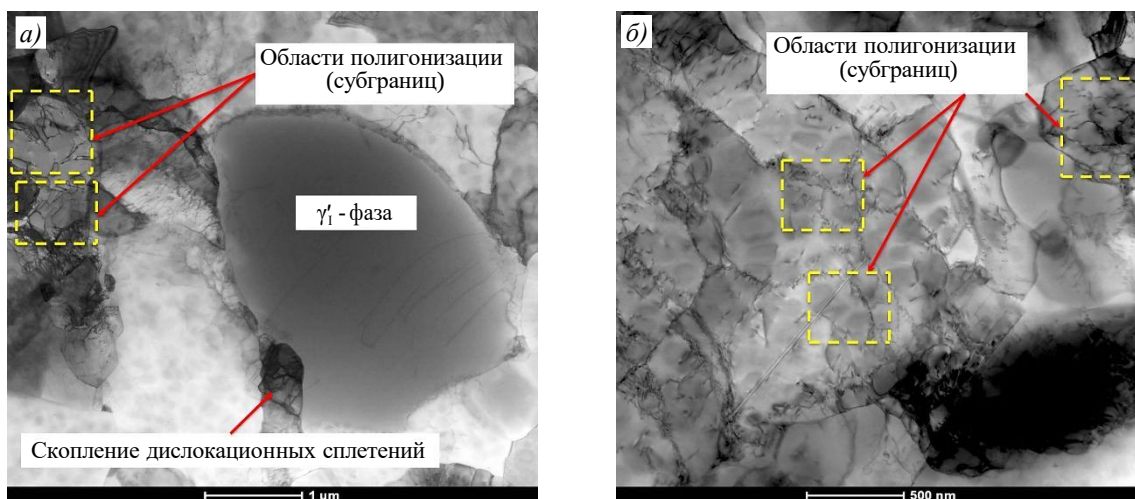


Рис. 2. Микроструктура, полученная методом просвечивающей электронной микроскопии, экспериментального сплава после горячей деформации при разных увеличениях

Дислокационная структура сплава состоит из множества деформационных дефектов, сформированных в процессе горячей пластической деформации. К таким дефектам относятся: скопления дислокаций в объеме, области полигонизации, характеризующиеся перераспределением дислокаций с формированием дислокационных сеток и последующим образованием субграниц (рис. 2, б). В микроструктуре сплава наблюдаются крупные ($\sim 1,5$ мкм) частицы упрочняющей γ' -фазы, внутри которых видны дислокации.

Исходя из картины, представленной на рис. 2, и данных, приведенных в работе [22], можно предположить, что в процессе горячей пластической деформации происходит перераспределение дислокаций (в исходном виде представлены на рис. 2, а) с образованием дислокационных стенок (субграниц). При этом области с субграницами и высокой плотностью дислокаций превращаются в субзерна (рис. 2, б). Таким образом, можно заключить, что созданную на этапе пластической деформации субструктуру сплава можно отнести к полигонизованной.

Интересно оценить влияние крупных частиц упрочняющей γ' -фазы на структурообразование сплава. Известно, что в деформируемых никелевых сплавах крупные (1–5 мкм) частицы некогерентной γ' -фазы, выделяющиеся по границам зерен, являются барьерами, препятствующими процессу собирательной рекристаллизации, так как, по-видимому, они предотвращают релаксацию накопленной в процессе пластической деформации энергии [23].

На рис. 3 представлены микроструктура и карты распределения легирующих элементов в структуре полигонизованного сплава.

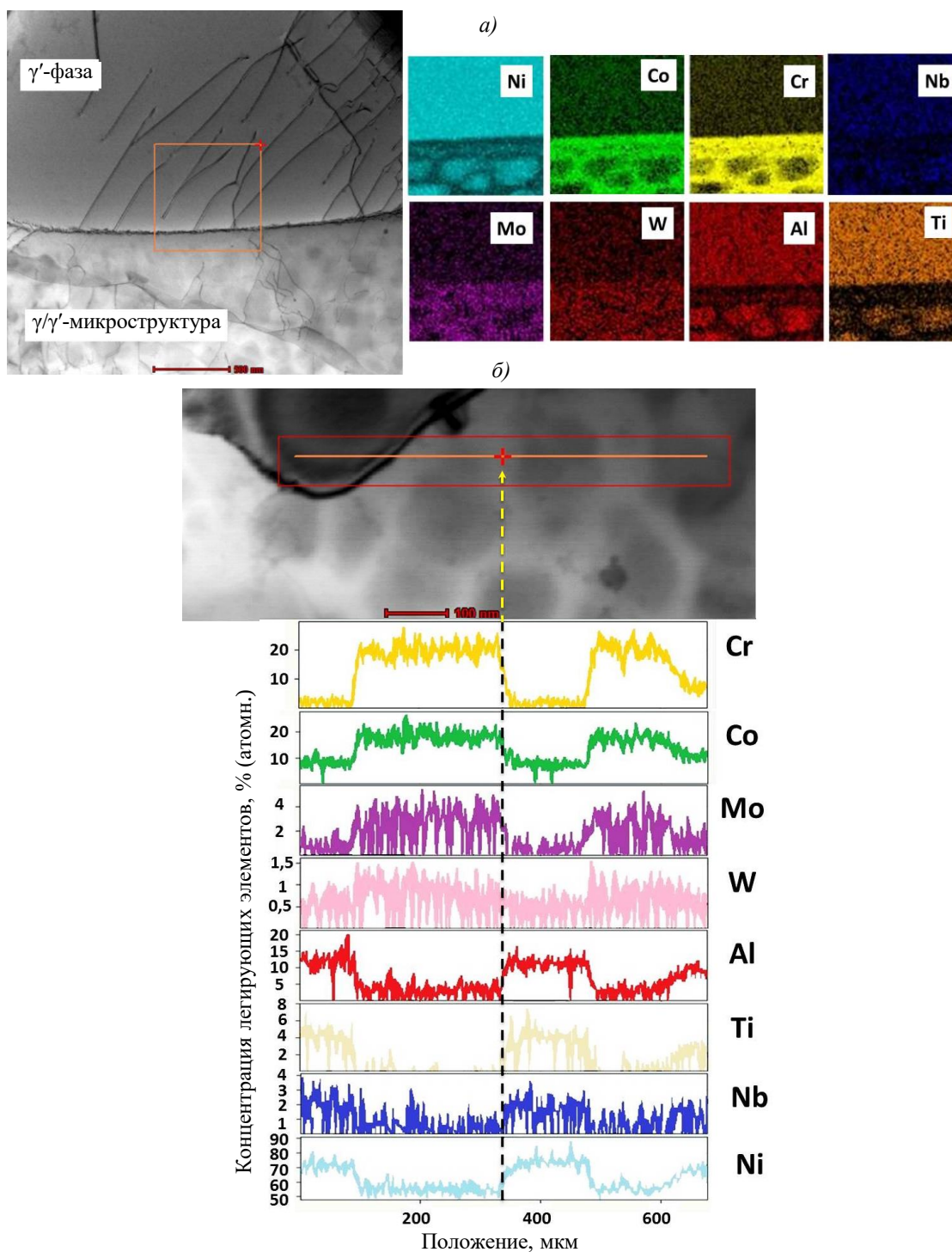


Рис. 3. Карты (а) и профили (б) распределения концентраций легирующих элементов в структуре экспериментального сплава после горячей деформации: а – область сканирования пересекает частицу γ'_1 и γ/γ' -микроструктуру; б – линия сканирования пересекает γ/γ' -микроструктуру

На рис. 3, а представлена частица γ' -фазы, внутри нее видны линии дислокаций. По-видимому, данная фаза является барьером, задерживающим движение дислокаций при температурах пластической деформации. На рис. 3, б представлены профили распределения легирующих элементов, которые концентрируются преимущественно в γ - или γ' -фазе.

На рис. 4 показано образование высокоугловой границы в экспериментальном сплаве в процессе горячей пластической деформации. Это можно обнаружить исходя из того, что в объемах, примыкающих к высокоугловой исходной границе, происходит коалесценция группы субзерен с полным или частичным исчезновением разделяющих их субграниц. В результате возникает высокоугловая граница (выступ, представляющий собой движущую силу процесса, как показано на рис. 4), которая в определенных условиях является зародышем рекристаллизации [11, 12, 14, 23].



Рис. 4. Образование высокоугловой границы в экспериментальном сплаве в процессе горячей пластической деформации путем коалесценции группы субзерен

Таким образом, миграция этого выступа и развитие процесса рекристаллизации определяются тем, что в результате коалесценции группы субзерен по одну сторону от исходной высокоугловой границы образуется протяженный участок, свободный от точек закрепления и имеющий размер значительно больше среднего размера субзерен. При дальнейшем нагреве происходит рост этих субзерен, заканчивающийся рекристаллизацией.

Микроструктура экспериментального сплава после полной термической обработки

На рис. 5 представлена микроструктура сплава в заготовке после горячей пластической деформации и полной термической обработки.

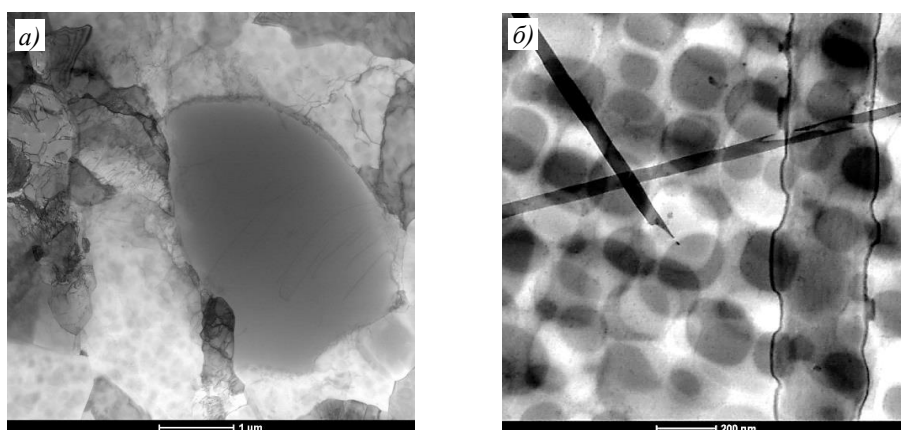


Рис. 5. Микроструктура, полученная методом просвечивающей электронной микроскопии, экспериментального сплава после горячей пластической деформации и полной термической обработки: *а* – поликристаллическая структура сплава; *б* – двухфазная γ/γ' -микроструктура и дефекты упаковки

В состав γ/γ' -микроструктуры сплава входит сложнолегированный γ -твердый раствор никеля (матрица), первичные частицы (γ'_I) и вторичные микрочастицы (γ'_{II}) γ' -фазы, а также третичные наночастицы (γ'_{III}) γ' -фазы. Представленная структура сплава в поковке сформировалась в процессе охлаждения с температуры горячей деформации и последующей полной термической обработки в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области в интервале температур 760–1170 °С. Поскольку в данном случае доля первичных частиц γ' -фазы в микроструктуре исследуемого сплава мала, то его упрочнение осуществляется вторичными микрочастицами γ' -фазы размером $\sim 0,2$ мкм округлой (сферической) морфологии, типичной для НЖС с близкими к нулю значениями γ/γ' -мисфита. Третичные выделения γ' -фазы в виде наночастиц размером 10–50 нм располагаются в прослойках матричного γ -твердого раствора. В микроструктуре сплава наблюдаются дефекты упаковки.

На рис. 6 представлена микроструктура сплава в области границ зерен. Видно, что на границе нескольких зерен расположена цепочка частиц фазовых выделений. Карта распределения атомов легирующих элементов (рис. 6, б) показывает, что в состав этих частиц входят атомы Co, Cr и Mo. В работе [24] при исследовании сплава, близкого по химическому составу к исследуемому, показано, что мелкие частицы на межзеренных границах имеют стехиометрию $M_{23}(B, C)_6$ или $M_3(B, C)_2$ (где М – Cr, Mo, W). В связи с этим можно полагать, что рассматриваемые частицы на границах зерен в исследуемом сплаве также являются карбоборидами с такой же стехиометрией.

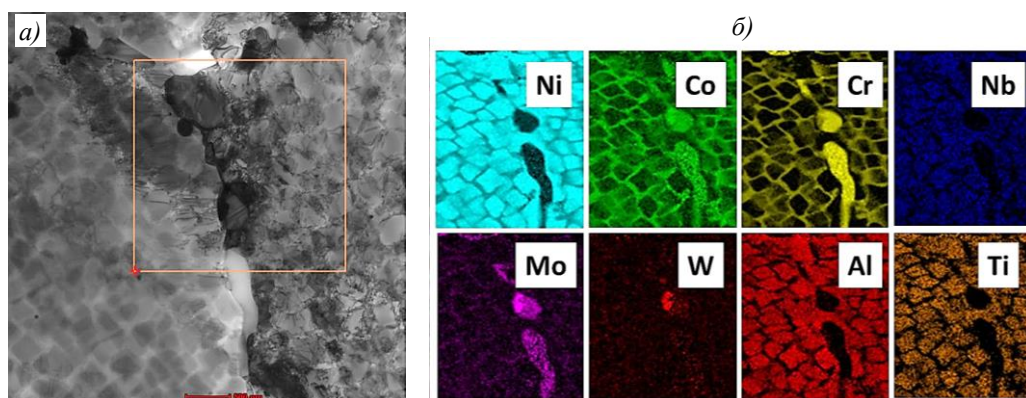


Рис. 6. Микроструктура (а) и карты распределения легирующих элементов (б) на межзеренной границе экспериментального сплава после горячей пластической деформации и полной термической обработки

Результаты рентгеноструктурного микроанализа исследуемой микроструктуры сплава в режиме линейного сканирования представлены на рис. 7. Линия сканирования последовательно пересекает три частицы γ' -фазы и прослойки γ -твердого раствора между ними. При этом наблюдается сильная осцилляция концентраций большинства легирующих элементов, которые концентрируются преимущественно в γ - или γ' -фазах. Например, экстремумы легирующих элементов Co и Cr соответствуют концентрационным максимумам в γ -фазе, равным 27–30 и 20–23 % (атомн.) соответственно, и минимумам в γ' -фазе, равным ~ 1 и 6–7 % (атомн.) соответственно. Концентрации γ' -образующих элементов Al, Ti и базового элемента Ni изменяются в противофазе к концентрациям Cr и Co, т. е. они обнаруживают минимумы в γ -фазе и максимумы в γ' -фазе, однако Ti в γ -фазе практически отсутствует, в отличие от Al. Концентрации W, Mo и Nb, входящих в состав γ - и γ' -фаз, равны 1,9; 7 и 2–4 % (атомн.) соответственно и изменяются незначительно при переходе из γ -фазы в γ' -фазу.

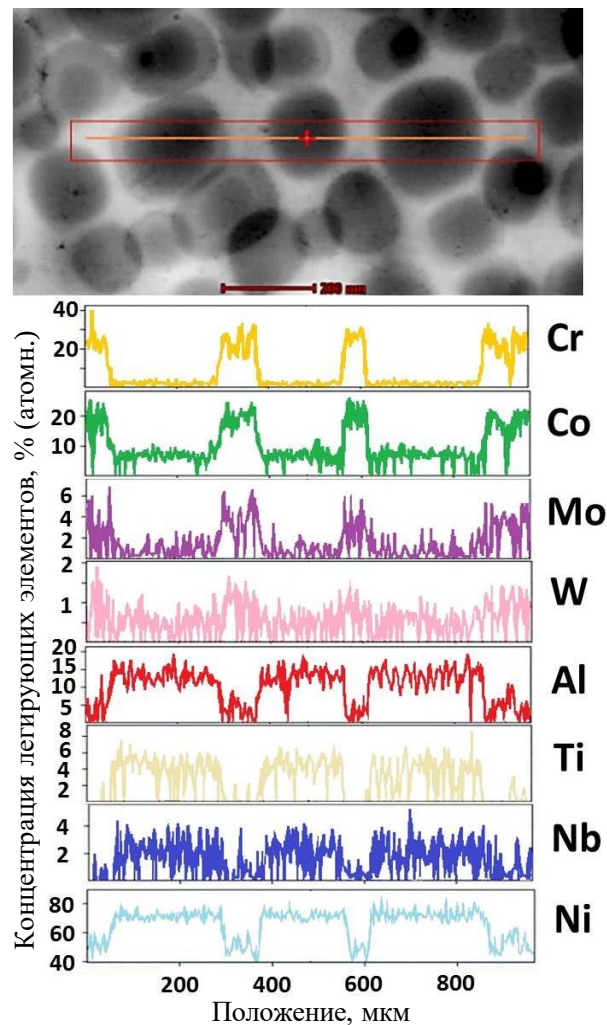


Рис. 7. Двухфазная γ/γ' -микроструктура и результаты рентгеноструктурного микроанализа экспериментального сплава после горячей пластической деформации и полной термической обработки. Линия сканирования пересекает γ -матрицу и частицы γ' -фаз

Механизмы ползучести сплава в интервале температур 750–850 °C

В работе [18] исследованы механизмы ползучести сплава, полученного методом равноосной кристаллизации и последующей термической обработкой. Установлено, что при температуре 750 °C механизм ползучести сплава осуществляется перерезанием частиц γ' -фазы путем скольжения дислокаций с последующим образованием дефектов упаковки и сегрегацией на них атомов Co и Cr. При температуре 850 °C дислокации преодолевают частицы γ' -фазы путем огибания по интерфейсу γ/γ' . Скорость такого процесса главным образом определяется скоростью диффузионных механизмов переползания участков дислокаций, огибающих частицы γ' -фазы [25–37].

В случае с деформированным вариантом экспериментального сплава картина механизмов пластической деформации в температурном интервале 750–850 °C существенным образом не меняется. На рис. 8 представлена микроструктура сплава после испытаний на ползучесть при температуре 750 °C.

Характерными дефектами структуры являются микродвойники, пересекающие частицы γ' -фазы, и дислокации с векторами Бюргерса $a/2\langle 011 \rangle$, которые распространяются вдоль прослоек γ -матрицы, оставляя позади себя дислокационные петли на поверхностях раздела γ - и γ' -фаз [38], которые скользят по плоскостям $\{111\}$ и относительно

легко перерезают γ' -частицы с последующей диссоциацией в объеме частиц γ' -фазы и образованием дефектов упаковки. Далее при значительной локальной пластической деформации степень дефектности структуры повышается вследствие образования протяженных микродвойников и дефектов упаковки. Подобные микродвойники наблюдали и идентифицировали в дисковом НЖС марки Rene 88DT после ползучести при температуре 650 °С и напряжении 838 МПа [39].

При температуре 850 °С, когда диффузия легирующих элементов ускоряется, дислокации обходят γ' -частицы путем переползания по межфазной границе γ/γ' . На рис. 9 представлена картина диффузионного переползания дислокаций $a/2[110]$ по поверхностям раздела γ - и γ' -фаз в процессе ползучести сплава при температуре 850 °С.

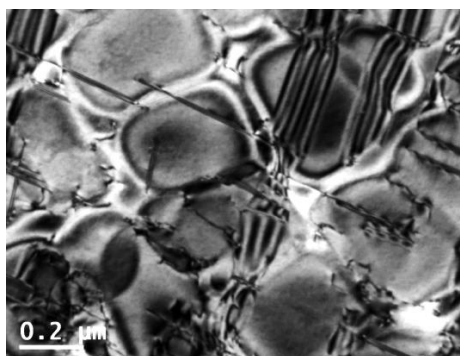


Рис. 8. Микроструктура, полученная методом просвечивающей электронной микроскопии, деформированного сплава в термически обработанном состоянии после ползучести при 750 °С: микродвойники, перерезающие частицы γ' -фазы, дефекты упаковки в γ' -частице и частичные дислокации

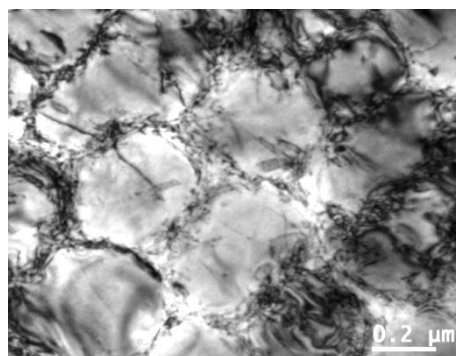


Рис. 9. Диффузионное переползание дислокаций $a/2[110]$ по поверхностям раздела γ - и γ' -фаз в процессе ползучести сплава при температуре 850 °С: скопление поверхностных дислокаций $a/2<011>$ на интерфейсе γ/γ' (просвечивающая электронная микроскопия)

В процессе высокотемпературных длительных испытаний под действием относительно низкого растягивающего напряжения (300 МПа) происходит коалесценция частиц упрочняющей γ' -фазы («диффузионное сращивание» двух соседних частиц [18]). Обход таких γ' -частиц дислокациями $a/2<011>$ приводит к значительному замедлению скорости ползучести. При скольжении матричных дислокаций $a/2<011>$ они оставляют на границах раздела γ/γ' межфазные дислокационные петли, которые взаимодействуют между собой [40, 41].

Заключения

Установлено, что в процессе горячей пластической деформации в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области в экспериментальном сплаве типа ВЖ178П формируются субграницы – небольшие области с высокой плотностью дислокаций, которые по мере увеличения продолжительности процесса становятся высокоугловыми.

Механизм рекристаллизации сплава при горячей деформации заключается в миграции участков большеугловых границ.

Микроструктура сплава представляет собой сложнолегированный γ -твердый раствор никеля (матрица), упрочненный первичными частицами (γ'_I), вторичными микрочастицами (γ'_{II}) и третичными наночастицами γ' -фазы (γ'_{III}), сформированными в процессе охлаждения с температуры горячей деформации и последующей полной термической обработки в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области. Большинство легирующих элементов сплава концентрируется преимущественно в γ - или γ' -фазе.

При температуре 750 °С механизм ползучести сплава осуществляется перерезанием частиц γ' -фазы путем скольжения дислокаций с последующим образованием дефектов упаковки. При температуре ползучести 850 °С дислокации преодолевают частицы γ' -фазы путем переползания по интерфейсу γ/γ' .

Список источников

1. 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.
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. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 2 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 3–22. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
4. D'Souza N., Li W., Argyrakakis C. et al. On the Evolution of Primary Gamma Prime Precipitates During High Temperature and High Strain Rate Deformation and Subsequent Heat Treatment in the Ni-Based Superalloy, RR1000 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2019. Vol. 50A. P. 4205–4222.
5. Aoki C., Ueno T., Ohno T. Influence of hot working conditions on grain growth behavior of Alloy 718 // *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016. P. 609–617.
6. Parr I.M.D., Jackson T.J., Hardy M.C. et al. In homogeneous grain coarsening behavior in super-solvus heat treated nickel-based superalloy RR1000 // *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016. P. 447–456.
7. Thomas J.-P., Bauchet E., Dumont C., Montheille F. Electrone Backscattered Diffraction Investigation and Modeling of the Microstructural Evolutions of Superalloy 718 During Hot Deformation // *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004. P. 959–968.
8. Tu Wen, Pollock Tresa M. Grain scale straining processes during high temperature compression of a PM disk alloy // *Superalloys 2008*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2008. P. 395–403.
9. Kienl C., Leon-Cazares F.D., Rae C.M.F. Deformation twinning during high temperature compression tests of the Ni-base superalloy ATI 718Plus // *Acta Materialia*. 2022. Vol. 225. No. 4–5. P. 1–21. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.12.047.
10. Lin L., Xu P., Wang P. et al. Dissolution of η phase and evolution of dynamically recrystallized grains in ATI 718Plus superalloy during hot compressive deformation // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 30. P. 4612–4624.
11. Azarbarmas M., Aghaie-Khafria M., Cabrera J.M., Calvo J. Dynamic recrystallization mechanisms and twinning evolution during hot deformation of Inconel 718 // *Materials Science & Engineering A*. 2016. Vol. 678. P. 137–152. DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.100.
12. Xie B., Yu H., Sheng T. et al. Discontinuous Dynamic Recrystallization and Continuous Dynamic Recrystallization of an as-cast nickel-based superalloy during hot compression at γ' sub-/super-solvus temperatures // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 803. P. 16–29. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.06.202.
13. Lv S., Chen J., He X. et al. Investigation on Sub-Solvus Recrystallization Mechanisms in an Advanced γ - γ' Nickel-Based Superalloy GH4151 // *MDPI Materials*. 2020. Vol. 13. P. 4553. DOI: 10.3399/ma13204553.
14. Cuia J., Liu Y., Zhong L. et al. Microstructure and γ' phase evolution characteristics of novel nickel-based superalloy during compression // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 33. P. 9968–9978.
15. Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N. Heteroepitaxial Recrystallization, a new Recrystallization Mechanism in sub-solvus Forged γ - γ' Nickel-Based Superalloys with low Lattice Mismatch // *Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth (ReX&GG 2016)*. TMS, 2016. P. 259–264.

16. Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N. Heteroepitaxial Recrystallization Observed in Rene65™ and Udimet720™: A new Recrystallization Mechanism Possibly Occuring in All Low Lattice Mismatch γ - γ' Superalloys? // *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016. P. 417–426.
17. Петрушин Н.В., Висик Е.М., Елютин Е.С. Усовершенствование химического состава и структуры литейного жаропрочного никелевого сплава с малой плотностью. Часть 2 // *Труды ВИАМ*. 2021. № 4 (98). С. 3–15. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-3-15.
18. Петрушин Н.В., Зайцев Д.В., Светлов И.Л., Карашаев М.М., Епишин А.И. Механизмы ползучести в интервале температур 750–850 °С жаропрочного никелевого сплава с нулевым γ/γ' -мисфитом // *Труды ВИАМ*. 2023. № 12 (130). С. 3–18. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-12-3-18.
19. Мартин Дж., Доэрти Р. Стабильность микроструктуры металлических систем. М.: Атомиздат, 1978. 280 с.
20. Reed R.C. The Superalloys. Fundamentals and Applications. Cambridge: University Press, 2006. 372 p.
21. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. 2-е изд. М.: Металлургия, 1978. 568 с.
22. Hardy M.C., Detroy M., Mcdevitt E.T. et al. Solving Recent Challenges for Wrought Ni-Base Superalloys // *Metallurgical and Materials Transactions: 50th anniversary collection*. Springer, 2020. Vol. 51A. P. 2626–2650.
23. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов: учеб. пособие. Изд. 3-е, испр. и доп. М.: Металлургия, 1978. 392 с.
24. Рогожкин С.В., Бер Л.Б., Никитин А.А. и др. Исследование гранулированного никелевого сплава методом атомно-зондовой томографии // *Физика металлов и металловедение*. 2020. Т. 121. № 1. С. 1–12.
25. Barba D., Alabort E., Pedrazzini S. et al. On the microtwinning mechanism in a single crystal superalloy // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 135. P. 314–329. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.05.072.
26. Smith T.M., Esser B.D., Antolin N. et al. Segregation and η phase formation along stacking faults during creep at intermediate temperatures in Ni-base superalloys // *Acta Materialia*. 2015. Vol. 100. P. 19–31. DOI: 10.1016/j.actamat.2015.08.053.
27. Barba D., Smith T.M., Miao J. et al. Segregation-assisted plasticity in Ni-based superalloys // *Metallurgical Materials Transactions*. 2018. Vol. 49A. P. 4173–4185. DOI: 10.1007/s11661-018-4567-6.
28. Smith T.M., Gabb T.P., Wertz K.N. et al. Enhancing the creep strength of next-generation disk superalloys via local phase transformation strengthening // *Superalloys 2020*. Pennsylvania: Minerals, Metals, Materials Series, 2020. P. 726–736.
29. Liliensten L., Antonov S., Gault B. et al. Enhanced creep performance in a polycrystalline superalloy driven by atomic-scale phase transformation along planar faults // *Acta Materialia*. 2021. Vol. 202. P. 232–242.
30. Viswanathan G.B., Sarosi P.M., Henry M.F. et al. Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in René 88 DT // *Acta Materialia*. 2005. Vol. 53. No. 10. P. 3041–3057.
31. Saada G., Veyssiere P. Kear-Wilsdorf locks and mechanical properties of L1₂ alloys // *MRS Online Proceedings Library*. 1992. Vol. 288. P. 411–416. DOI: 10.1557/PROC-288-411.
32. Rae C., Vorontsov V., Kovarik L., Mills M. Dislocations in a Ni-based superalloy during low temperature creep // *MATEC Web of Conferences 14*. EDP Sciences, 2014. Art. 01006. DOI: 10.1051/matecconf/20141401006.
33. Smith T.M., Unocic R.R., Deutchman H., Mills M.J. Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys // *Materials at High Temperatures*. 2016. Vol. 33. No. 4-5. P. 372–383. DOI: 10.1080/09603409.2016.1180858.
34. Wang G., Chen M., Lin Y. et al. Recrystallization nucleation under close-set δ phase in a nickel-based superalloy during annealing // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. Vol. 115. P. 166–176.
35. Jena A.K., Chaturvedj M.C. The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys // *Journal of Materials Science*. 1984. Vol. 19. P. 3121–3139.

36. Murakumo T., Kobayashi T., Koizumi Y., Harada H. Creep behavior of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction // *Acta Materialia*. 2004. Vol. 52. No. 12. P. 3737–3744.
37. Unocic R.R., Vismanathan G.B., Sarosi P.M. et al. Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloy // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 483–484. P. 25–32.
38. Светлов И.Л., Зайцев Д.В., Карашаев М.М., Епишин А.И., Петрушин Н.В. Микросегрегация легирующих элементов на деформационных дефектах структуры в гранулированном никелевом сплаве // *Физика металлов и металловедение*. 2023. Т. 124. № 6. С. 517–523.
39. Бер Л.Б., Рогожкин С.В., Хомич А.А., Залужный А.Г. Распределение атомов легирующих элементов между частицами γ - и γ' -фаз в жаропрочном никелевом сплаве // *Физика металлов и металловедение*. 2022. Т. 123. № 2. С. 177–191.
40. Светлов И.Л., Петрушин Н.В., Епишин А.И., Карашаев М.М., Елютин Е.С. Монокристаллы жаропрочных никелевых сплавов, легированных рением и рутением (обзор). Часть 1 // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 30–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
41. Link T., Epishin A., Brückner U., Portella P.D. Increase of misfit during creep of superalloys and its correlation with deformation // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. No. 8. P. 1981–1994. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00456-5.

References

1. 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.
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. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 2. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 3–22. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 01, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-3-22.
4. D'Souza N., Li W., Argyrakakis C. et al. On the Evolution of Primary Gamma Prime Precipitates During High Temperature and High Strain Rate Deformation and Subsequent Heat Treatment in the Ni-Based Superalloy, RR1000. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, vol. 50A, pp. 4205–4222.
5. Aoki C., Ueno T., Ohno T. Influence of hot working conditions on grain growth behavior of Alloy 718. *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016, pp. 609–617.
6. Parr I.M.D., Jackson T.J., Hardy M.C. et al. In homogeneous grain coarsening behavior in supersolvus heat treated nickel-based superalloy RR1000. *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016, pp. 447–456.
7. Thomas J.-P., Bauchet E., Dumont C., Montheille F. Electrone Backscattered Diffraction Investigation and Modeling of the Microstructural Evolutions of Superalloy 718 During Hot Deformation. *Superalloys 2004*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2004, pp. 959–968.
8. Tu Wen, Pollock Tresa M. Grain scale straining processes during high temperature compression of a PM disk alloy. *Superalloys 2008*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2008, pp. 395–403.
9. Kienl C., Leon-Cazares F.D., Rae C.M.F. Deformation twinning during high temperature compression tests of the Ni-base superalloy ATI 718Plus. *Acta Materialia*, 2022, vol. 225, no. 4–5, pp. 1–21. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.12.047.
10. Lin L., Xu P., Wang P. et al. Dissolution of η phase and evolution of dynamically recrystallized grains in ATI 718Plus superalloy during hot compressive deformation. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 30, pp. 4612–4624.
11. Azarbarmasa M., Aghaie-Khafria M., Cabrera J.M., Calvo J. Dynamic recrystallization mechanisms and twinning evolution during hot deformation of Inconel 718. *Materials Science & Engineering A*, 2016, vol. 678, pp. 137–152. DOI: 10.1016/j.msea.2016.09.100.

12. Xie B., Yu H., Sheng T. et al. Discontinuous Dynamic Recrystallization and Continuous Dynamic Recrystallization of an as-cast nickel-based superalloy during hot compression at γ' sub-/super-solvus temperatures. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 803, pp. 16–29. DOI: 10.1016/j.jallcom.2019.06.202.
13. Lv S., Chen J., He X. et al. Investigation on Sub-Solvus Recrystallization Mechanisms in an Advanced γ - γ' Nickel-Based Superalloy GH4151. *MDPI Materials*, 2020, vol. 13, p. 4553. DOI: 10.3399/ma13204553.
14. Cuia J., Liu Y., Zhong L. et al. Microstructure and γ' phase evolution characteristics of novel nickel-based superalloy during compression. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 33, pp. 9968–9978.
15. Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N. Heteroepitaxial Recrystallization, a new Recrystallization Mechanism in sub-solvus Forged γ - γ' Nickel-Based Superalloys with low Lattice Mismatch. *Proceedings of the 6th International Conference on Recrystallization and Grain Growth (ReX&GG 2016)*. TMS, 2016, pp. 259–264.
16. Charpagne M.-A., Billot T., Franchet J.-M., Bozzolo N. Heteroepitaxial Recrystallization Observed in Rene65TM and Udimet720TM: A new Recrystallization Mechanism Possibly Occuring in All Low Lattice Mismatch γ - γ' Superalloys? *Superalloys 2016*. Pennsylvania: Minerals, Metals & Materials Society, 2016, pp. 417–426.
17. Petrushin N.V., Visik E.M., Elyutin E.S. Improvement of the chemical composition and structure of castable nickel-base superalloy with low density. Part 2. *Trudy VIAM*, 2021, no. 4 (98), pp. 3–15. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 01, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-4-3-15.
18. Petrushin N.V., Zaitsev D.V., Svetlov I.L., Karashaev M.M., Epishin A.I. Mechanisms of creep in the temperature range 750–850 °C of nickel-based superalloy with zero γ/γ' -lattice misfit. *Trudy VIAM*, 2023, no. 12 (130), pp. 3–18. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 01, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-12-3-18.
19. Martin J., Doherty R. *Stability of the microstructure of metallic systems*. Moscow: Atomizdat, 1978, 280 p.
20. Reed R.C. *The Superalloys. Fundamentals and Applications*. Cambridge: University Press, 2006, 372 p.
21. Gorelik S.S. *Recrystallization of metals and alloys*. 2nd ed. Moscow: Metallurgiya, 1978, 568 p.
22. Hardy M.C., Detroy M., Mcdevitt E.T. et al. Solving Recent Challenges for Wrought Ni-Base Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions: 50th anniversary collection*. Springer, 2020, vol. 51A, pp. 2626–2650.
23. Novikov I.I. *Theory of heat treatment of metals: textbook*. 3rd ed., corr. and add. Moscow: Metallurgiya, 1978, 392 p.
24. Rogozhkin S.V., Ber L.B., Nikitin A.A. et al. Study of granulated nickel alloy by atomic probe tomography. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2020, vol. 121, no. 1, pp. 1–12.
25. Barba D., Alabort E., Pedrazzini S. et al. On the microtwinning mechanism in a single crystal superalloy. *Acta Materialia*, 2017, vol. 135, pp. 314–329. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.05.072.
26. Smith T.M., Esser B.D., Antolin N. et al. Segregation and η phase formation along stacking faults during creep at intermediate temperatures in Ni-base superalloys. *Acta Materialia*, 2015, vol. 100, pp. 19–31. DOI: 10.1016/j.actamat.2015.08.053.
27. Barba D., Smith T.M., Miao J. et al. Segregation-assisted plasticity in Ni-based superalloys. *Metallurgical Materials Transactions*, 2018, vol. 49A, pp. 4173–4185. DOI: 10.1007/s11661-018-4567-6.
28. Smith T.M., Gabb T.P., Wertz K.N. et al. Enhancing the creep strength of next-generation disk superalloys via local phase transformation strengthening. *Superalloys 2020*. Pennsylvania: Minerals, Metals, Materials Series, 2020, pp. 726–736.
29. Liliensten L., Antonov S., Gault B. et al. Enhanced creep performance in a polycrystalline superalloy driven by atomic-scale phase transformation along planar faults. *Acta Materialia*, 2021, vol. 202, pp. 232–242.
30. Viswanathan G.B., Sarosi P.M., Henry M.F. et al. Investigation of creep deformation mechanisms at intermediate temperatures in René 88 DT. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, no. 10, pp. 3041–3057.

31. Saada G., Veyssiere P. Kear-Wilsdorf locks and mechanical properties of L1₂ alloys. *MRS Online Proceedings Library*, 1992, vol. 288, pp. 411–416. DOI: 10.1557/PROC-288-411.
32. Rae C., Vorontsov V., Kovarik L., Mills M. Dislocations in a Ni-based superalloy during low temperature creep. *MATEC Web of Conferences 14*. EDP Sciences, 2014, art. 01006. DOI: 10.1051/mateconf/20141401006.
33. Smith T.M., Unocic R.R., Deutchman H., Mills M.J. Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys. *Materials at High Temperatures*, 2016, vol. 33, no. 4-5, pp. 372–383. DOI: 10.1080/09603409.2016.1180858.
34. Wang G., Chen M., Lin Y. et al. Recrystallization nucleation under close-set δ phase in a nickel-based superalloy during annealing. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, vol. 115, pp. 166–176.
35. Jena A.K., Chaturvedj M.C. The role of alloying elements in the design of nickel-base superalloys. *Journal of Materials Science*, 1984, vol. 19, pp. 3121–3139.
36. Murakumo T., Kobayashi T., Koizumi Y., Harada H. Creep behavior of Ni-base single-crystal superalloys with various γ' volume fraction. *Acta Materialia*, 2004, vol. 52, no. 12, pp. 3737–3744.
37. Unocic R.R., Vismanathan G.B., Sarosi P.M. et al. Mechanisms of creep deformation in polycrystalline Ni-base disk superalloy. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 483–484, pp. 25–32.
38. Svetlov I.L., Zaitsev D.V., Karashaev M.M., Epishin A.I., Petrushin N.V. Microsegregation of Alloying Elements on Deformation-Induced Structural Defects in a Granulated Nickel Alloy. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2023, vol. 124, no. 6, pp. 517–523.
39. Ber L.B., Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Zaluzhny A.G. Distribution of alloying element atoms between particles of the γ - and γ' -phases in a heat-resistant nickel alloy. *Fizika metallov i metallovedenie*, 2022, vol. 123, no. 2, pp. 177–191.
40. Svetlov I.L., Petrushin N.V., Epishin A.I., Karashaew M.M., Elyutin E.S. Single crystals of nickel-based superalloys alloyed with rhenium and ruthenium (review). Part 1. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 30–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 01, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-30-50.
41. Link T., Epishin A., Brückner U., Portella P.D. Increase of misfit during creep of superalloys and its correlation with deformation. *Acta Materialia*, 2000, vol. 48, no. 8, pp. 1981–1994. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00456-5.

Информация об авторах

Карашаев Мухамед Муаедович, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

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

Светлов Игорь Леонидович, главный научный сотрудник, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Mukhamed M. Karashaev, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

Igor L. Svetlov, Chief Researcher, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 22.01.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 30.01.2026.
The article was submitted 22.01.2026; approved and accepted for publication after reviewing 30.01.2026.

Научная статья

УДК 669.245

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-19-31

ПОВЫШЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ГРАНУЛИРУЕМЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ ПУТЕМ ИХ КОМПЛЕКСНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ

М.С. Яшин¹, А.С. Шпагин¹, А.В. Востриков¹

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

Аннотация. Проанализировано влияние легирующих элементов на механические свойства гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов. Показано, что введение в состав сплавов таких легирующих элементов, как Al, Ti, W, Mo, Nb, Ta и Hf, способствует упрочнению материала. Легирование γ -образующими элементами (Co и Cr) приводит к повышению сопротивления ползучести при температуре до 750 °C и жаростойкости. Незначительное содержание таких микролегирующих элементов, как B и Zr, также положительно влияет на технологичность сплавов.

Ключевые слова: жаропрочный никелевый сплав, гранулы, металлургия гранул, обработка давлением, деформация, горячее изостатическое прессование, легирование

Для цитирования: Яшин М.С., Шпагин А.С., Востриков А.В. Повышение механических характеристик гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов путем их комплексного легирования // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 19–31. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-19-31.

Scientific article

IMPROVEMENT OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF GRANULATED HEAT-RESISTANT NICKEL-BASED ALLOYS BY THEIR COMPLEX ALLOYING

M.S. Yashin¹, A.S. Shpagin¹, A.V. Vostrikov¹

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

Abstract. This review analyzes the influence of alloying elements on the mechanical properties of granulated high-temperature nickel alloys. It is shown that the introduction of alloying elements such as Al, Ti, W, Mo, Nb, Ta, and Hf into the alloys contributes to material strengthening. Alloying with γ -forming elements such as Co and Cr leads to an increased creep resistance at temperatures up to 750 °C and heat resistance. A small content of microalloying elements such as B and Zr also has a positive effect on ductility.

Keywords: nickel-based heat-resistant alloy, granules, granule metallurgy, pressure treatment, deformation, hot isostatic pressing, alloying

For citation: Yashin M.S., Shpagin A.S., Vostrikov A.V. Improvement of the mechanical properties of granulated heat-resistant nickel-based alloys by their complex alloying. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 19–31. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-19-31.

Введение

Начиная с 1970-х гг. ведутся разработки, направленные на повышение комплекса механических характеристик жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС), используемых при изготовлении дисков авиационных газотурбинных двигателей. Одно из приоритетных направлений исследований – повышение прочностных и жаропрочных характеристик во всем интервале рабочих температур [1–3].

С целью улучшения характеристик прочности и жаропрочности в состав сплавов вводят все большее количество различных легирующих элементов [4]. Однако при традиционном способе производства заготовок и деталей, заключающемся в отливке и горячей деформации получаемого слитка, имеются лишь ограниченные возможности легирования сплавов из-за усиления ликвационной неоднородности, огрубления структуры и появления различных дефектов. Следствием этих процессов являются резкое ухудшение деформируемости используемых слитков, многократное увеличение расхода металла и трудоемкости производства изделия.

Перечисленных недостатков удалось избежать с применением метода металлургии гранул. Этот метод включает несколько этапов. Вначале методом вакуумно-индукционной плавки осуществляется выплавка литых заготовок (электродов), из которых получают гранулы с помощью различных технологий, основанных на распылении расплавленного металла. Затем из этих гранул методом горячего изостатического прессования (ГИП) изготавливают полуфабрикат, который имеет плотную и беспористую структуру [5].

В настоящее время существуют несколько наиболее распространенных промышленных технологий изготовления полуфабрикатов из гранулируемых ЖНС. За рубежом, в частности в США, значительный объем производства дисков методом металлургии гранул осуществляют с помощью ГИП с последующей изотермической штамповкой либо с использованием технологии «гаторайзинг» (или газовой атомизации) (рис. 1). Основная суть технологий заключается в том, что гранулы получают распылением струи расплавленного в керамическом тигле индукционной печи жидкого металла потоком нейтрального газа (аргон, гелий и др.), после чего в вакууме их засыпают в капсулу, которую затем заваривают и обрабатывают методом ГИП. Далее обточенную заготовку подвергают extrузии на прессе, а полученный пруток нарезают на шайбы, из которых на прессах для изотермической штамповки получают в условиях сверхпластичности заготовки дисков [6].

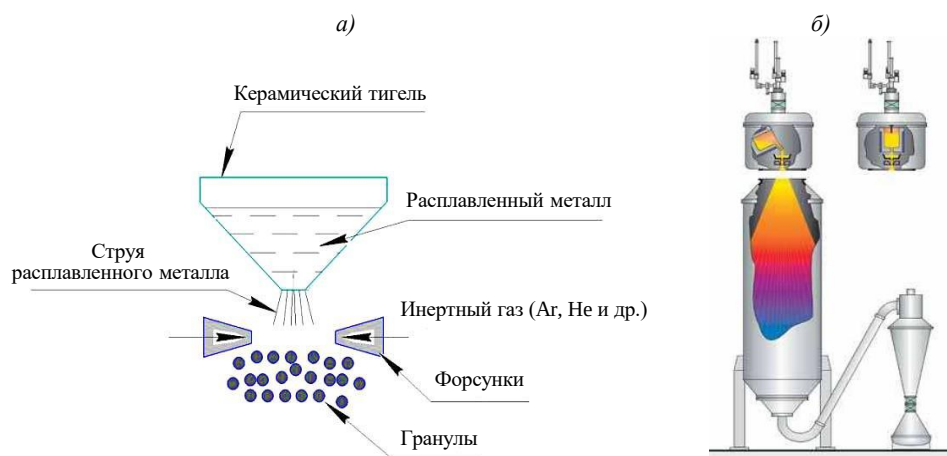


Рис. 1. Принципиальная схема процесса (а) и схема установки (б) для производства металлических гранул по технологии газовой атомизации

Несмотря на относительно низкую стоимость реализации метода газовой атомизации и его высокую производительность, получаемые гранулы по качеству заметно уступают отечественным гранулам, полученным методом плазменной плавки и центробежного распыления электродов (Plasma Rotating Electrode Process – PREP). Из-за особенностей распыления на поверхности таких гранул образуется сетка оксикарбонитридных включений, а сами гранулы могут содержать газовые поры. Поэтому для изготовления полуфабрикатов из гранул, полученных по зарубежным технологиям, необходимо осуществлять прессование заготовки с последующей пластической деформацией. Дополнительная обработка давлением обеспечивает более полную проработку структуры, что особенно важно для труднодеформируемых ЖНС. Методом ГИП с последующей изотермической штамповкой и гаторайзинга получают диски такие фирмы, как Ladish Co, Wyman-Gordon Co, Pratt and Whitney Aircraft, General Electric Co и др.

В отличие от зарубежных технологий, в отечественном двигателестроении широко применяется разработанный в начале 1970-х гг. технологический процесс, называемый as-HIP (as-Hot Isostatic Pressing – прямое ГИП) [7]. Эта технология производства полуфабрикатов из гранул ЖНС состоит из следующих операций: изготовление стальных капсул, геометрически подобных готовому изделию; выплавка слитков и последующее изготовление из них гранул методом PREP, сущность которого заключается в затвердевании расплава в виде микрослитков, т. е. получении гранул с высокой скоростью охлаждения (рис. 2); рассев, электростатическая сепарация; засыпка гранул в стальные капсулы в вакууме, дегазация и последующая герметизация капсул; компактирование капсул с гранулами методом ГИП (рис. 3); термическая и механическая обработка; контроль качества изделий.

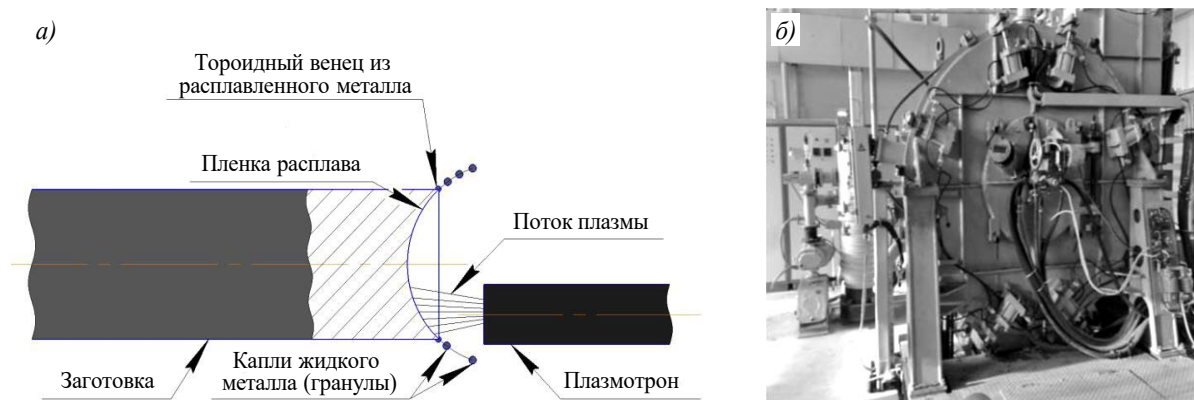


Рис. 2. Принципиальная схема процесса (а) и установка (б) плазменной плавки и центробежного распыления для производства гранул [8]

Такая технология позволяет осуществлять производство крупногабаритных полуфабрикатов из гранул сложнолегированных ЖНС методом прямого ГИП без дополнительной обработки давлением компактированной заготовки [9].

Отсутствие внутригранульной аргонной пористости (которая возможна при использовании метода газовой атомизации) при производстве гранул методом PREP позволяет проводить операции ГИП и закалки сплава при температурах, превышающих температуру полного растворения упрочняющей γ' -фазы (сольвус). Закалка сплава из однофазной области (γ) способствует образованию выделений упрочняющей γ' -фазы более мелкого размера, чем при закалке сплава из двухфазной области ($\gamma + \gamma'$) [10].

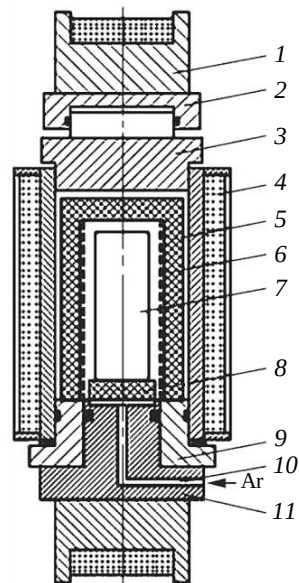


Рис. 3. Принципиальная схема установки горячего изостатического прессования [11]: 1 – рама; 2 – домкрат; 3 – верхняя пробка; 4 – контейнер; 5 – теплоизоляционный кожух; 6 – нагреватель; 7 – прессуемые капсулы с гранулами; 8 – теплоизоляционная подставка; 9 – нижняя промежуточная пробка; 10 – канал для закачки и откачки рабочей среды; 11 – нижняя пробка

При термообработке из двухфазной области может быть обеспечен меньший размер зерна, однако при этом в структуре могут присутствовать крупные частицы образовавшейся и нерастворившейся упрочняющей γ' -фазы, некогерентной с матрицей сплава (γ), которая практически не участвует в упрочнении материала [12].

В настоящее время за рубежом ЖНС используют фирмы Pratt and Whitney Aircraft, General Electric Co, MTU, Snecma, International Aerospace Ltd, Allied Signal и др. Из гранул получают как легкие (~1,4 кг) охлаждающие покрывные диски двигателя T700, так и тяжелые диски компрессора GE90 [13].

Для дисков компрессора и турбины силовых установок самолетов применяют сплавы Waspaloy, принятые в эксплуатацию в 1967–1978 гг., а также сплав Udimet (фирма Special Metals Corporation). Сплав Udimet и его модификации реализованы в двигателях BR700 (фирмы BMW, Rolls-Royce), AE2100, AE3007, T406, T800 (фирма Alisson), серии TRENT [14]. На Западе ведут активные исследования и разрабатывают новые сплавы, дополнительно легированные Ta (или совместно Ta, W, Re) в количестве 6–8 % (по массе) и предназначенные для работы при температурах ≥ 815 °C [15].

При производстве новых конструкционных материалов наблюдается динамика увеличения содержания и видового разнообразия тугоплавких элементов, которые приводят к снижению диффузионной подвижности атомов при работе в горячих средах [16]. Реализация данного направления позволяет увеличить термодинамическую устойчивость и высокотемпературную структурную стабильность сплавов.

Указанные факторы при выборе и оптимизации легирования имеют особое значение, хотя введение в сплавы таких элементов, как W, Ta, Re и др., приводит к повышению плотности и стоимости сплава [17].

Следует обратить внимание на важное направление работ, которые ведут за рубежом: обеспечение более высокого уровня механических свойств ранее созданных сплавов, широко используемых в эксплуатируемой технике. При этом как совершенствуют составы и технологии уже разработанных сплавов, так и создаются новые материалы на базе существующих, хорошо зарекомендовавших себя [18].

Цель работы – анализ влияния легирующих элементов на механические характеристики гранулируемых ЖНС.

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

Влияние легирующих элементов на свойства жаропрочных никелевых сплавов

Анализ химического состава и свойств отечественных и зарубежных гранулируемых ЖНС показывает, что их высокая работоспособность обеспечивается за счет возрастания не только доли γ' -образующих элементов, таких как Al и Ti, но и концентрации легирующих элементов, которые имеют высокую температуру плавления и низкие диффузионные характеристики, например W, Mo, Ta, Nb, Hf, Re, Co. В основном они входят в состав γ' -фазы (Nb, Ta, Hf) и γ -матрицы (Re, W, Mo, Co). При этом W и Mo в значительных количествах входят как в γ -, так и в γ' -фазу. В результате при легировании этими элементами в достаточных количествах обеспечиваются значительное упрочнение и структурная термостабильность, а также появляются возможности для достижения оптимальных значений параметров несоответствия кристаллических решеток γ - и γ' -фазы (мисфита) и достигается улучшение эксплуатационных характеристик сплавов [19].

Увеличение суммарных долей Al и Ti более необходимого уровня может привести не только к выделению нежелательной эвтектической γ' -фазы на основе $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, но и к увеличению температуры полного растворения γ' -фазы (сольвус), что уменьшает область гомогенности сплава. Это ограничивает возможности последующей термообработки сплава [20].

Необходимо отметить, что для достижения оптимального уровня механических свойств дисковых ЖНС важным является не только суммарное содержание Al и Ti, но и отношение их долей. В работе [21] показано, что повышенные значения кратковременной прочности и предела текучести ЖНС обеспечиваются при отношении массовых долей $\text{Ti}/\text{Al} = 1$.

Титан, в отличие от алюминия, в большей степени способствует эффекту упрочнения, который проявляется с увеличением объемной доли упрочняющей γ' -фазы. Кроме того, он снижает скорость коагуляции γ' -частиц. Однако увеличение концентрации титана в ЖНС, содержащих большое количество Nb, приводит к формированию пластинчатых фазовых образований η (Ni_3Ti) и δ ($\text{Ni}_3\text{Nb}, \text{Ta}$), что уменьшает фазовую стабильность материала [22].

В работе [23] показано, что, во-первых, пластинчатая η -фаза (Ni_3Ti) начинает выделяться, когда отношение содержаний $\text{Ti}/\text{Al} > 1,45$; во-вторых, даже при наличии соотношения Ti/Al , близкого к 1, может возникнуть локальное выделение пластинчатых фаз η (Ni_3Ti) и δ ($\text{Ni}_3\text{Nb}, \text{Ta}$). В сплаве RR1000 (фирма Rolls-Royce) [24] отношение содержаний $\text{Al}/(\text{Ti} + \text{Ta})$ составляет 0,60–0,75.

Установлено [25], что в некоторых зарубежных сверхпрочных никелевых сплавах пластинчатая η -фаза на основе Ni_3Ti появляется при увеличении концентрации титана, когда значения отношения содержаний Ti/Al превышают 2,8. Температура ее растворения выше, чем температура полного растворения упрочняющей γ' -фазы (сольвус). На основе данных результатов сделан вывод, что если в сплаве одновременно увеличить содержание титана и кобальта, но при этом снизить концентрацию хрома, то процесс образования топологически плотноупакованной (ТПУ) фазы (σ -фазы) замедляется, а вероятность появления η -фазы (Ni_3Ti) заметно снижается.

Кобальт и хром [23] обеспечивают значительную стойкость сплавов в условиях высокотемпературной газовой коррозии при температурах до 800 °С, повышают

работоспособность сплавов при воздействии сульфидных и других вредных соединений. Установлено, что хром и кобальт снижают температуру сольвус [22], что улучшает технологичность дисковых сплавов.

Вместе с тем, учитывая, что хром присутствует в основном в γ -фазе, при усложнении легирования, связанном с увеличением объемной доли упрочняющей γ' -фазы и, соответственно, относительным уменьшением объемной доли γ -матрицы, то же самое количество хрома может привести к заметному увеличению его концентрации в γ -фазе, что, в свою очередь, вызовет возможное образование нежелательных фаз на основе α -Cr, σ - и μ -фаз, карбидов типа $M_{23}C_6$ определенной нежелательной морфологии и др. и, как следствие, снижение механических характеристик сплавов [25].

Исследования системы легирования зарубежного сплава марки Alloy 10 показали [26], что при содержании хрома $>12,5$ % (по массе) появляются игольчатые или пластинчатые выделения, типичные для ТПУ-фаз, а также пленки фазы α -Cr на границах зерен, что может снижать работоспособность сплава при температуре 760 °C.

Вольфрам и молибден положительно влияют на характеристики длительной прочности ЖНС. Вольфрам при содержании $2\text{--}4$ % (по массе) входит в состав γ -матрицы (как упрочняющий элемент) и γ' -фазы. Снижение концентрации вольфрама <2 % (по массе) приводит, с одной стороны, к уменьшению скорости роста усталостной трещины, а с другой – к повышению скорости ползучести [27].

Влияние молибдена на свойства сплава во многом схоже с воздействием вольфрама. Однако как твердорастворный упрочнитель молибден менее эффективен. При этом снижение его содержания <3 % (по массе) приводит к существенному уменьшению сопротивления ползучести [27].

В патенте [28] показано, что одним из важных требований к химическому составу сплава Alloy 10 (фирма Honeywell) является обеспечение следующего отношения массовых долей элементов: $0,25 \leq Mo/W$ (или $Mo/(W + Re)) \leq 0,50$. В более позднем патенте фирмы General Electric [29] для реально отобранной композиции сплава Me3 отношение содержаний $Mo/(Mo + W) = 0,51\text{--}0,56$. Преимуществом Mo и W является то, что они входят в состав как упрочняющей γ' -фазы (вольфрам – в большей степени), так и γ -твердого раствора. Таким образом, они упрочняют одновременно обе фазы, способствуя повышению термостабильности структуры и прочностных характеристик сплавов. Вольфрам по сравнению с молибденом оказывает большее упрочняющее влияние и с этой точки зрения более предпочтителен. Тем не менее молибден является желательным элементом в дисковых сплавах при содержании в пределах $2\text{--}6$ % (по массе). Установлено, что сплавы, содержащие молибден в небольших количествах, более стойки к сульфидной коррозии по сравнению со сплавами, в которых молибден отсутствует [30]. В частности, при оптимизации состава дискового сплава RR1000 в качестве основного элемента – упрочнителя выбран молибден. Аналогичный подход реализован при создании сплава N18, в котором Mo присутствует в количестве $6,5$ % (по массе), в то время как W в его составе отсутствует.

Ниобий является одним из желательных элементов при легировании ЖНС. Это γ' -образующий элемент, который входит в состав γ -твердого раствора и первичных карбидов типа MC. В работе [23] показано, что ниобий обладает более сильным упрочняющим эффектом по сравнению с титаном, однако его избыточное содержание отрицательно влияет на сопротивление развитию трещины и пластичность.

Гафний является сильным карбидообразующим элементом и упрочняет границы зерен. Как правило, при увеличении прочности уменьшается пластичность, и наоборот. Уникальность гафния состоит в том, что он повышает как прочность, так и пластичность ЖНС [30].

Установлен еще один важный аспект влияния гафния на структуру дисковых ЖНС, получаемых по технологии металлургии гранул. При консолидации гранул в процессе ГИП карбиды остаются на их поверхности, декорируя их границы и определяя отрицательную наследственность сплавов. Связано это с тем, что даже после происходящей в результате термообработки рекристаллизации границы гранул, на которых расположены карбиды, сохраняются. Карбиды заметно ослабляют материал и являются причиной его преждевременного разрушения при высокотемпературном нагружении. Введение определенного количества гафния в состав гранулируемых сплавов полностью решает проблему карбидных сеток на наследственных границах гранул, что, в свою очередь, способствует взаимному прорастанию зерен [31].

Цирконий при содержании 0,04–0,06 % (по массе) повышает пластичность сплавов, а также снижает скорость роста трещины. Цирконий присутствует в ЖНС в малых количествах (~0,05 % (по массе)). Зависимость пластичности от содержания циркония в пределах 0,005–0,05 % (по массе) сложная: максимальное значение показателя наблюдается при содержании циркония 0,01 % (по массе), при большем или меньшем его количестве показатель снижается. При одновременном легировании цирконием и бором наблюдается увеличение в несколько раз времени до разрушения образцов при испытании на ползучесть [32].

Наличие углерода ограничивает увеличение размера зерна при термообработке. Углерод образует карбиды, которые вносят дополнительный вклад в упрочнение сплава. Они эффективно тормозят диффузионные процессы по границам зерен, выделяясь в виде разрозненных включений типа $M_{23}C_6$ или M_6C . Поэтому углерод специально добавляют во все ЖНС, используемые для изготовления дисков газотурбинных двигателей. Повышение содержания углерода >0,1 % (по массе) может вызвать увеличение скорости роста усталостной трещины [20].

Однако при разработке сплава ВВ752П получены положительные результаты при увеличении содержания углерода до 0,08–0,10 % (по массе) [33].

Увеличение содержания углерода и, соответственно, карбидов в сплаве обеспечило повышение прочности за счет дополнительного дисперсного карбидного упрочнения и предотвращения образования охрупчивающих ТПУ-фаз. Это объясняется тем, что при формировании карбидов типа $M_{23}C_6$ и M_6C из матрицы сплава уходят элементы Cr, W и Mo, которые активно участвуют в образовании охрупчивающих ТПУ-фаз типа σ или μ . С учетом этого суммарная концентрация указанных элементов в сплаве увеличена на 0,8 % (по массе) [34].

Бор – особый элемент в ЖНС. При введении в сплавы в незначительном количестве он образует бориды, располагающиеся на границах зерен, что ограничивает их рост. Кроме того, бор присутствует и на межфазных (γ/γ') границах, повышая их прочность и тем самым положительно влияя на сопротивление ползучести [34]. Увеличение содержания бора более определенного значения может приводить к образованию легкоплавких боридных фаз, а также к термической пористости. Кроме того, это способствует снижению сопротивления ползучести [35].

В современном зарубежном авиационном двигателестроении в качестве легирующего элемента часто используют тантал. Он входит в состав большинства новых ЖНС, разработанных для эксплуатации при высоких температурах. В работе [36] показано, что легирование танталом приводит к упрочнению и увеличению количества γ' -фазы. Кроме того, наличие Ta вызывает упрочнение γ -матрицы и материала (за счет образованных карбидов) [37].

Достижение удовлетворительных механических свойств современных гранулируемых ЖНС также зависит от структурных факторов. На механические свойства

вливают средний размер зерна, количество и дисперсность упрочняющей γ' -фазы, тип карбидной фазы и состояние границ зерен [38]. Четкое представление о воздействии каждого из перечисленных факторов отдельно и при их взаимном влиянии на показатели механических свойств позволяет правильно выбрать технологию и назначить требуемые технологические режимы.

Так, например, в работе [38] применительно к гранулируемому дисковому сплаву ВВ751П показано, что при проведении компактирования в двухфазной ($\gamma + \gamma'$)-области наблюдается дендритно-ориентированная структура, унаследованная от гранул. Такой материал имеет низкие пластические характеристики и проявляет чувствительность к надрезу, так как большинство границ зерен совпадает с границами гранул и наблюдается сильная разнотернистость. При компактировании в однофазной γ -области формируется однородное зерно, полностью устраняется литая структура. При незначительном повышении температуры солидус в структуре наблюдается эвтектика (оплавление, материал становится хрупким).

Следовательно, как было сказано во введении, приближение температуры ГИП к температуре полного растворения упрочняющей γ' -фазы позволяет получить более мелкое зерно. Поэтому для увеличения прочности материала и его способности работать при высоких температурах необходимо проводить ГИП и закалку из однофазной области с нагревом до температуры, превышающей температуру сольвус на 5–20 °С. Данный режим позволяет получить мелкое однородное рекристаллизованное зерно, размер которого составляет $\sim(20\text{--}35)$ мкм. Скорость охлаждения с температуры заковки ≥ 60 °С/мин в совокупности с двумя ступенями старения приводит к равномерному распределению частиц упрочняющей γ' -фазы оптимального размера (0,20–0,35 мкм), что обеспечивает устойчивость к высоким температурам. Кроме того, это вызывает выделение мелких упрочняющих частиц γ' -фазы размером 0,05–0,08 мкм, которые приводят к упрочнению материала [39].

Выделения некогерентных крупных упрочняющих частиц γ' -фазы размером >1 мкм, которые получаются при остывании из двухфазной области, вызывают ухудшение механических свойств, поскольку γ' -фаза не полностью участвует в упрочнении ЖНС. Максимального уровня механических свойств можно добиться, если осуществлять охлаждение из однофазной области, поскольку вся выделившаяся γ' -фаза участвует в упрочнении сплава. Охлаждение с температур солидус или выше ведет к образованию эвтектики [38].

Предел прочности при растяжении европейских сплавов Me3 (Rene 104), RR1000, Alloy 10, LSHR, FGH95, TMW-4 составляет 1650–1742 МПа. Китайский сплав FGH95 имеет $\sigma_b = 1742$ МПа при комнатной температуре и $\sigma_{0,2} = 1469$ МПа [7].

Отечественные сплавы по уровню свойств соответствуют зарубежным аналогам. Так, величина длительной прочности при температуре 650 °С может достигать 1140 МПа [40], в то время как значения этого показателя для зарубежных сплавов LSHR и Me3 составляют 1115 и 1156 МПа соответственно [7].

Российские сплавы имеют преимущество перед зарубежными при работе при более высоких температурах (≥ 750 °С) [7]. Так, длительная прочность при температуре 750 °С отечественного сплава ВВ750П достигает 750 МПа, в то время как для зарубежных сплавов третьего поколения (Me3, Alloy 10 и др.) этот показатель составляет ~ 680 МПа [5].

Особое внимание следует обратить на сплав типа ВЖ178П, разработанный в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Он в наибольшей степени легирован тугоплавкими элементами, обеспечивающими высокий уровень работоспособности при температурах до 750 °С [41]. Это делает его весьма перспективным для современного двигателестроения.

Заключения

Рассмотрено влияние различных легирующих элементов на свойства гранулируемых ЖНС. Например, легирование Al и Ti способствует упрочнению и структурной термостабильности сплава. Однако для предотвращения снижения уровня свойств суммарное содержание Al и Ti не должно превышать предельного значения.

Значительную стойкость ЖНС при высоких температурах и в агрессивных средах обеспечивают Co и Cr. Однако содержание хрома не должно превышать 12,5 % (по массе), иначе это приведет к снижению работоспособности сплава при повышенной температуре. Вольфрам и молибден способствуют упрочнению сплава. Молибден является менее эффективным легирующим элементом с точки зрения прочности.

Легирование ниобием вызывает более сильное упрочнение сплава по сравнению с титаном, однако его избыточное содержание отрицательно влияет на сопротивление развитию трещины и пластичность. Добавление гафния приводит к упрочнению границ зерен. В то же время гафний повышает пластичность ЖНС.

Низкое содержание циркония (~0,05 % (по массе)) приводит к повышению пластичности и снижению скорости роста трещин. При содержании углерода <0,1 % (по массе) тормозятся диффузионные потоки на границах зерен и происходит упрочнение ЖНС. Однако повышенное содержание углерода может приводить к увеличению скорости роста трещин.

Бор в незначительных количествах в ЖНС ограничивает рост зерен и повышает сопротивление ползучести. В современных сплавах широкое распространение получило легирование танталом, которое приводит к упрочнению материала.

Кроме легирующих элементов, на свойства сплавов влияют структурные факторы. Получение мелкого однородного зерна позволяет повысить прочность и жаростойкость. Равномерное распределение мелких частиц γ' -фазы также обеспечивает высокий уровень прочности.

Использование легирующих элементов и формирование равномерной мелкозернистой структуры позволяют изготавливать полуфабрикаты из ЖНС с высокими механическими характеристиками.

Список источников

1. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Сухова В.А. Обзор перспективных высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе тугоплавких металлических материалов для производства газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 30–41. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
2. Мин П.Г., Вадеев В.Е. Разработка и внедрение в серийное производство нового жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ125 для лопаток перспективных авиационных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 3–16. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-3-16.
3. 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: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-15-24.
4. Нарский А.Р., Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г. Получение мелкозернистой структуры отливок из жаропрочных никелевых сплавов при использовании модификатора – алюмината кобальта // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.
5. Гарибов Г.С. Перспективы развития отечественных дисковых гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов для новых образцов авиационной техники // *Технология легких сплавов*. 2017. № 1. С. 7–18.

6. Гарибов Г.С. Современный уровень развития порошковой металлургии жаропрочных никелевых сплавов // *Технология легких сплавов*. 2000. № 6. С. 58–69.
7. Шмотин Ю.Н., Старков Р.Ю., Логунов А.В., Данилов Д.В. Перспективные материалы и технологии производства дисков турбин // *Технология легких сплавов*. 2013. № 4. С. 132–134.
8. Востриков А.В., Сухов Д.И. Производство гранул методом PREP для аддитивных технологий – текущий статус и перспективы развития // *Труды ВИАМ*. 2016. № 8 (44). С. 17–23. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-3-3.
9. Иноземцев А.А., Аношкин Н.Ф., Башкатов И.Г. и др. Применение дисков из гранул жаропрочных никелевых сплавов в серийных ГТД авиационной и наземной техники // *Перспективные технологии легких и специальных сплавов*. М.: Физматлит, 2006. С. 371–376.
10. Dreshfield R.L., Miner R.V. Effects of Thermally Induced Porosity on an as-HIP Powder Metallurgy Superalloy Effects of Thermally Induced Porosity on an as-HIP Powder Metallurgy Superalloy // *International Journal of Powder Metallurgy*. 1980. Vol. 12. P. 83–87.
11. Гарибов Г.С., Тлюстен Т.Ю. Газостаты ВИАМ // *Заготовительные производства в машиностроении*. 2010. № 7. С. 28–32.
12. Гарибов Г.С., Гриц Н.М., Волков А.М. др. Металловедческие аспекты производства заготовок дисков из гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов методом ГИП // *Технология легких сплавов*. 2014. № 3. С. 54–58.
13. Eisen W. PM Superalloys: past, present, and future. New jet engine designs and advanced engines may lead to the increased usage of improved PM superalloys in the future // *Materials World*. 1996. No. 4. P. 22–24.
14. Скибин В.А., Солонин В.И., Палкин В.А. Работы ведущих авиадвигателестроительных компаний по созданию перспективных авиационных двигателей. М.: ЦИАМ, 2004. 421 с.
15. Superalloy optimized for high-temperature performance in high-pressure turbine disks: pat. 6521175 USA; appl. 09.02.98; publ. 18.02.03.
16. Логунов А.В., Заводов С.А., Данилов Д.В. Разработка и исследование нового никелевого жаропрочного сплава для дисков газовых турбин // *Вестник РГТА им. П.А. Соловьева*. 2019. № 1 (48). С. 62–68.
17. Supersolvus processing for tantalum-containing nickel base superalloys: pat. 5662749 USA; appl. 07.06.95; publ. 02.09.97.
18. Cao W.D., Kennedy R.L. New developments in wrought 718-type superalloys // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2005. No. 1. P. 39–46.
19. Самойлов А.И., Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Рощина И.Н. Размерное несоответствие кристаллических решеток γ - и γ' -фаз в никелевых ренийсодержащих жаропрочных сплавах // *Авиационные материалы и технологии*. 2004. № 1. С. 48–57.
20. Хрящев И.И., Данилов Д.В., Логунов А.В. Разработка экономнолегированного никелевого жаропрочного сплава для рабочих лопаток газовых турбин // *Вестник Московского авиационного института*. 2019. № 2 (26). С. 205–208.
21. Reed R.C. The Superalloys. Fundamentals and Applications. Cambridge: University Press, 2006. 372 p.
22. Gayada J., Gabb T.P. Fatigue Behavior of a Third Generation PM Disk Superalloy. NASA-TM, 2008. 26 p.
23. Guedou J., Augustins-Lecallier I., Caron P. Development of a New Fatigue and Creep Resistant PM Nickel-Base Superalloy for Disk Applications // *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008. P. 21–30.
24. Nickel base superalloy: pat. 7208116 USA; appl. 26.09.01; publ. 24.04.07.
25. Cu Y., Cui C., Harada H. et al. Development of Ni–Co-Base Alloys for High-Temperature Disk Applications // *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008. P. 53–62.
26. Rice D., Kantzos P., Hann B. et al. P/M Alloy 10 – A 700°C Capable Nickel-Based Superalloy for Turbine Disk Applications // *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008. P. 139–148.
27. Шеин Е.А. Тенденции в области легирования и микролегирования жаропрочных монокристаллических сплавов на основе никеля (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2016. № 3 (39). С. 10–22. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-3-2-2.

28. High strength powder metallurgy nickel base alloy: pat. 6468368 USA; appl. 20.03.00; publ. 22.10.02.
29. Nickel-base superalloys and components formed thereof: pat. 20100329876 USA; appl. 30.06.09; publ. 02.12.10.
30. Гарибов Г.С., Гриц Н.М., В.И. Добаткин и металлургия гранул жаропрочных никелевых сплавов // Технология легких сплавов. 2015. № 2. С. 34–39.
31. Гарибов Г.С., Гриц Н.М., Востриков А.В., Федоренко Е.А. Создание нового высокопрочного сплава ВВ751П для перспективных газотурбинных двигателей // Технология легких сплавов. 2009. № 1. С. 34–39.
32. Береснев А.Г., Разумовский В.И., Лозовой А.Ю. и др. Развитие теории легирования для создания нового поколения жаропрочных никелевых сплавов, получаемых методами порошковой металлургии // Технология легких сплавов. 2012. № 2. С. 52–61.
33. Гарибов Г.С., Гриц Н.М., Востриков А.В., Федоренко Е.А. Разработка и исследование нового гранулируемого высокопрочного жаропрочного никелевого сплава ВВ752П для перспективных изделий авиационной техники // Технология легких сплавов. 2011. № 1. С. 7–11.
34. Елисеев Ю.С., Масленков С.Б., Гейкин В.А., Поклад В.А. Технология создания неразъемных соединений при производстве газотурбинных двигателей. М.: Наука и технологии, 2001. 544 с.
35. Бер Л.Б., Казберович А.М. Влияние легирования и некоторых структурных факторов на комплекс характеристик заготовок дисков из гранулируемых жаропрочных никелевых сплавов ЭП741НП, ВВ750П, ВВ751П, ВВ752П и ВВ753П // Технология легких сплавов. 2019. № 3. С. 16–33.
36. Forde P.T. Tantalum in superalloys // *Advanced Materials and Processes*. 1996. No. 149 (4). P. 39–40.
37. Гарибов Г.С., Гриц Н.М. Пути создания новых высокожаропрочных гранулируемых сплавов для перспективных авиадвигателей // Технология легких сплавов. 2012. № 3. С. 35–43.
38. Гарибов Г.С., Востриков А.В., Гриц Н.М., Федоренко Е.А. Разработка новых гранулированных жаропрочных никелевых сплавов для производства дисков и валов авиационных двигателей // Технология легких сплавов. 2010. № 2. С. 34–43.
39. Способ получения изделия из сплава типа ВВ751П с высокой прочностью и жаропрочностью: пат. 2453398 Рос. Федерация; заявл. 14.06.11; опубл. 20.06.12.
40. Жаропрочный никелевый сплав: пат. 2697674 Рос. Федерация; заявл. 24.05.19; опубл. 16.08.19.
41. Волков А.М., Востриков А.В., Бакрадзе М.М. Разработка нового гранулируемого жаропрочного никелевого сплава ВЖ178П для перспективных авиационных ГТД // Перспективные жаропрочные никелевые деформируемые сплавы и технологии их переработки: материалы Всерос. науч.-техн. конф. М., 2018. С. 25–38.

References

1. Echin A.B., Bondarenko Yu.A., Kolodyazhny M.Yu., Surova V.A. Review of perspective high-temperature superalloys based on refractory non-metallic materials for production of gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 30–41. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
2. Min P.G., Vadeev V.E. The development and introduction into serial production of the new superalloy VZhL125 for the advanced aviation engines vanes. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 3–16. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-3-16.
3. 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: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-15-24.
4. 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: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.

5. Garibov G.S. Development Prospects of Domestic Disk Granulated Heat-Resistant Nickel Alloys for New Types of Aviation Equipment. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2017, no. 1, pp. 7–18.
6. Garibov G.S. Current Level of Development of Powder Metallurgy of Heat-Resistant Nickel Alloys. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2000, no. 6, pp. 58–69.
7. Shmotin Yu.N., Starkov R.Yu., Logunov A.V., Danilov D.V. Advanced Materials and Manufacturing Technologies for Turbine Disks. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2013, no. 4, pp. 132–134.
8. Vostrikov A.V., Sukhov D.I. The production of powders by PREP method for additive manufacturing – current situation and development prospects. *Trudy VIAM*, 2016, no. 8, pp. 17–23. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-3-3.
9. Inozemtsev A.A., Anoshkin N.F., Bashkatov I.G. et al. Application of disks made of heat-resistant nickel alloy granules in serial gas turbine engines of aviation and ground equipment. *Advanced technologies of light and special alloys*. Moscow: Fizmatlit, 2006, pp. 371–376.
10. Dreshfield R.L., Miner R.V. Effects of Thermally Induced Porosity on an as-HIP Powder Metallurgy Superalloy. *International Journal of Powder Metallurgy*, 1980, vol. 12, pp. 83–87.
11. Garibov G.S., Tlyusten T.Yu. VILS gas stators. *Zagotovitelnye proizvodstva v mashinostroyenii*, 2010, no. 7, pp. 28–32.
12. Garibov G.S., Grits N.M., Volkov A.M. et al. Metallographic aspects of the production of disk blanks from granulated heat-resistant nickel alloys by the HIP method. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2014, no. 3, pp. 54–58.
13. Eisen W. PM Superalloys: past, present, and future. New jet engine designs and advanced engines may lead to the increased usage of improved PM superalloys in the future. *Materials World*, 1996, no. 4, pp. 22–24.
14. Skibin V.A., Solonin V.I., Palkin V.A. *Works of leading aircraft engine manufacturing companies on the creation of advanced aircraft engines*. Moscow: CIAM, 2004, 421 p.
15. *Superalloy optimized for high-temperature performance in high-pressure turbine disks*: pat. 6521175 USA; appl. 09.02.98; publ. 18.02.03.
16. Logunov A.V., Zavadov S.A., Danilov D.V. Development and study of a new nickel-based heat-resistant alloy for gas turbine disks. *Vestnik RGATA im. P.A. Soloveva*, 2019, no. 1 (48), pp. 62–68.
17. *Supersolvus processing for tantalum-containing nickel base superalloys*: pat. 5662749 USA; appl. 07.06.95; publ. 02.09.97.
18. Cao W.D., Kennedy R.L. New developments in wrought 718-type superalloys. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2005, no. 1, pp. 39–46.
19. Samoilov A.I., Kablov E.N., Petrushin N.V., Roshchina I.N. Dimensional mismatch of the crystal lattices of the γ - and γ' -phases in nickel-rhenium-containing heat-resistant alloys. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2004, no. 1, pp. 48–57.
20. Khryashchev I.I., Danilov D.V., Logunov A.V. Development of an economically alloyed nickel-based heat-resistant alloy for gas turbine blades. *Vestnik Moskovskogo aviatsionnogo instituta*, 2019, no. 2 (26), pp. 205–208.
21. Reed R.C. *The Superalloys. Fundamentals and Applications*. Cambridge: University Press, 2006, 372 p.
22. Gayada J., Gabb T.P. *Fatigue Behavior of a Third Generation PM Disk Superalloy*. NASA-TM, 2008, 26 p.
23. Guedou J., Augustins-Lecallier I., Caron P. Development of a New Fatigue and Creep Resistant PM Nickel-Base Superalloy for Disk Applications. *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008, pp. 21–30.
24. *Nickel base superalloy*: pat. 7208116 USA; appl. 26.09.01; publ. 24.04.07.
25. Cu Y., Cui C., Harada H. et al. Development of Ni–Co-Base Alloys for High-Temperature Disk Applications. *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008, pp. 53–62.
26. Rice D., Kantzos P., Hann B. et al. P/M Alloy 10 – A 700°C Capable Nickel-Based Superalloy for Turbine Disk Applications. *Superalloys 2008*. Pennsylvania: TMS, 2008, pp. 139–148.

27. Shein E.A. Tendencies in the field of alloying and microalloying of heat resisting single-crystal alloys on the basis of nickel (review). *Trudy VIAM*, 2016, no. 3, pp 10–22. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-3-2-2.
28. *High strength powder metallurgy nickel base alloy*: pat. 6468368 USA; appl. 20.03.00; publ. 22.10.02.
29. *Nickel-base superalloys and components formed thereof*: pat. 20100329876 USA; appl. 30.06.09; publ. 02.12.10.
30. Garibov G.S., Grits N.M. V.I. Dobatkin and metallurgy of granules of heat-resistant nickel alloys. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2015, no. 2, pp. 34–39.
31. Garibov G.S., Grits N.M., Vostrikov A.V., Fedorenko E.A. Development of a new high-strength alloy VV751P for advanced gas turbine engines. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2009, no. 1, pp. 34–39.
32. Beresnev A.G., Razumovsky V.I., Lozovoy A.Yu. et al. Development of alloying theory for the creation of a new generation of heat-resistant nickel alloys obtained by powder metallurgy methods. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2012, no. 2, pp. 52–61.
33. Garibov G.S., Grits N.M., Vostrikov A.V., Fedorenko E.A. Development and study of a new granulated high-strength heat-resistant nickel alloy VV752P for promising aviation products. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2011, no. 1, pp. 7–11.
34. Eliseev Yu.S., Maslennikov S.B., Geikin V.A., Poklad V.A. *Technology of creating permanent joints in the production of gas turbine engines*. Moscow: Science and Technology, 2001, 544 p.
35. Ber L.B., Kazberovich A.M. The influence of alloying and some structural factors on the set of characteristics of disk blanks made of granulated heat-resistant nickel alloys EP741NP, VV750P, VV751P, VV752P and VV753P. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2019, no. 3, pp. 16–33.
36. Forde P.T. Tantalum in superalloys. *Advanced Materials and Processes*, 1996, no. 149 (4), pp. 39–40.
37. Garibov G.S., Grits N.M. Ways to Create New High-Heat-Resistant Granulated Alloys for Advanced Aircraft Engines. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2012, no. 3, pp. 35–43.
38. Garibov G.S., Vostrikov A.V., Grits N.M., Fedorenko E.A. Development of New Granulated Heat-Resistant Nickel Alloys for the Production of Aircraft Engine Disks and Shafts. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2010, no. 2, pp. 34–43.
39. *Method for Obtaining a Product from VV751P Alloy with High Strength and Heat Resistance*: pat. 2453398 Rus. Federation; appl. 14.06.11; опубли. 20.06.12.
40. *Heat-resistant nickel alloy*: pat. 2697674 Rus. Federation; appl. 24.05.19; опубли. 16.08.19.
41. Volkov A.M., Vostrikov A.V., Bakradze M.M. Development of a new granulated heat-resistant nickel alloy VZh178P for promising aircraft gas turbine engines. *Promising heat-resistant nickel deformable alloys and technologies for their processing*: Proc. All-Rus. sci. and tech. conf. Moscow, 2018, pp. 25–38.

Информация об авторах

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

Шпагин Александр Сергеевич, заместитель начальника лаборатории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Востриков Алексей Владимирович, начальник Научно-исследовательского отделения, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

Aleksandr S. Shpagin, Deputy Head of Laboratory, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 28.01.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.03.2026.
The article was submitted 28.01.2026; approved and accepted for publication after reviewing 03.03.2026.

Научная статья

УДК 621.762

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-32-45

ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ И ЗАПОЛНЕНИЯ КРУПНОГАБАРИТНЫХ И КОЛЬЦЕВЫХ КАПСУЛ В МЕТАЛЛУРГИИ ГРАНУЛ. АНАЛИЗ ФОРМОИЗМЕНЕНИЯ ПОСЛЕ ГОРЯЧЕГО ИЗОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ

А.Е. Князев¹, П.Г. Мин¹, А.В. Логунов¹

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

Аннотация. Обсуждены вопросы изготовления капсул большого наружного диаметра типа «кольцо» с соотношением диаметра и высоты более 8 и массивных крупногабаритных капсул диаметром до 1000 мм для последующего изготовления заготовок дисков методом горячего изостатического прессования. Рассмотрены особенности заполнения капсул гранулами в горизонтальном положении. Проведен анализ формоизменения компактных заготовок после горячего изостатического прессования, рассчитаны коэффициенты усадки. Рассмотрены факторы, влияющие на формоизменение компактных заготовок и коэффициенты усадки.

Ключевые слова: капсула, дегазация, герметизация, гранулы, компактирование, горячее изостатическое прессование, гранульная металлургия, формоизменение, плотность утряски, горизонтальное заполнение, фракционный состав, порошок, сегрегация, плотность

Для цитирования: Князев А.Е., Мин П.Г., Логунов А.В. Особенности изготовления и заполнения крупногабаритных и кольцевых капсул в металлургии гранул. Анализ формоизменения после горячего изостатического прессования // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 32–45. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-32-45.

Scientific article

FEATURES OF MANUFACTURING AND FILLING LARGE-SIZED AND RING-SHAPED CAPSULES IN GRANULE METALLURGY. ANALYSIS OF SHAPE CHANGE AFTER HOT ISOSTATIC PRESSING

A.E. Knyazev¹, P.G. Min¹, A.V. Logunov¹

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 production of large-diameter «ring» capsules with a diameter-to-height ratio of more than 8 and massive large-diameter capsules with a diameter of up to 1000 mm for subsequent production of disk blanks by hot isostatic pressing. The features of filling the capsules with granules in a horizontal position are considered. The shape change of compact blanks after hot isostatic pressing is analyzed and shrinkage coefficients are calculated. The factors that affect the shape change of compact disk blanks and the shrinkage coefficients are examined.

Keywords: capsule, degassing, sealing, granules, compacting, hot isostatic pressing, granule metallurgy, shaping, filling density, horizontal filling, size composition, powder, segregation, density

For citation: Knyazev A.E., Min P.G., Logunov A.V. Features of manufacturing and filling large-sized and ring-shaped capsules in granule metallurgy. Analysis of shape change after hot isostatic pressing. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 32–45. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-32-45.

Введение

Одно из главных направлений авиастроения – изучение и разработка новых материалов и технологий изготовления продукции из них. Это определяет перспективы развития современной авиационной промышленности в России [1–5].

Металлургия гранул (гранульная металлургия) – направление порошковой металлургии, которое позволяет изготавливать заготовки дисков турбин высокого и низкого давления с однородной структурой из сложнолегированных жаропрочных никелевых дисковых сплавов, которые невозможно обработать традиционными методами обработки металлов давлением. Под руководством таких выдающихся ученых и практиков, как академик А.Ф. Белов, чл.-корр. АН СССР, д.т.н. В.И. Добаткин, д.т.н. Н.Ф. Аношкин, д.т.н. Г.С. Гарибов и др., это направление достигло значительных успехов в изготовлении гранульных дисков для гражданских и военных двигателей, а также для применения в энергетике. Уже во второй половине 1980-х гг. по данной технологии только в ВИЛС изготавливали до 3000 заготовок дисков в год для военных и гражданских двигателей.

В цепи технологических операций по превращению гранул жаропрочных никелевых сплавов в компактное изделие сложной геометрической формы ответственными этапами являются дегазация гранул, засыпка капсул гранулами и последующая герметизация капсул.

Ведущие предприятия, занимающиеся изготовлением деталей методом гранульной металлургии, не дают подробной информации о способах, применяемых технологических решениях и проблемах, возникающих при дегазации, засыпке и герметизации. Более того, эта информация тщательно скрывается, являясь предметом «know how» [6].

В СССР была создана уникальная установка заполнения и герметизации капсул типа УЗГК [7], позволяющая последовательно проводить следующие технологические операции: дегазацию гранул в летящем потоке, заполнение стальной капсулы гранулами, их виброуплотнение в капсуле и затем герметизацию заполненной капсулы с использованием электронно-лучевой сварки. В настоящее время в РФ для серийного производства заготовок дисков методом гранульной металлургии применяют технологию камерной вакуумно-термической дегазации гранул, заполнения и герметизации капсул.

Согласно разработанному и утвержденному регламенту, в РФ применяется схема, при которой загрузка в капсулу и вакуумно-термическая дегазация гранул производятся в вакуумной камере, в которой размещены вибростол и электронагреватели. Бункер с гранулами пристыковывается сверху к камере. Внутри камеры на пути от бункера к капсуле имеется наклонный нагреваемый лоток, по которому гранульный поток по направляющим совершает зигзагообразный путь с целью нагрева гранул в тонком слое для освобождения от газов и влаги, адсорбированных на поверхности гранул в процессе изготовления и хранения. Загружаемая капсула помещается в камеру между нагревателями. Вакуумирование пустой капсулы в начале процесса обеспечивается через патрубок, затем через воронку засыпаются гранулы. За счет вибрации они уплотняются для получения необходимой плотности утряски, обеспечивающей расчетное формоизменение после горячего изостатического прессования (ГИП). После заполнения капсулы манипулятором в горловину вставляется пробка, которая обваривается электронным лучом.

Данная технология имеет ряд преимуществ перед бескамерной засыпкой и герметизацией капсул:

- обеспечение нагрева и дегазации гранул в потоке;
- простота определения полноты заполнения капсулы в процессе засыпки гранул;
- высокий уровень надежности герметизации капсул после заполнения гранулами.

Однако данная технология имеет недостатки, самым существенным из которых является ограничение по габаритам заполняемых капсул, связанное с необходимостью создания больших и дорогостоящих вакуумных камер [6]. В настоящее время в России имеющийся парк газостатов обеспечивает компактирование капсул с максимальным диаметром 1150–1200 мм.

Капсулы, применяемые для герметизации гранул, как правило, изготавливают методом листовой штамповки, в последнее время широкое применение находит метод ротационной вытяжки. Обычно капсулы имеют форму диска с различными выступами на торцевой части. Согласно действующей в серийном производстве технологии, заполнение капсул типа «диск» осуществляется в вертикальном положении через патрубок, расположенный в верхней части. Это позволяет заполнять капсулы максимальным диаметром до 880–920 мм при массе засыпаемых гранул до 300–400 кг.

Технологические особенности процесса заполнения капсул, такие как плотность утряски, ориентация капсулы, количество патрубков и др., оказывают значительное влияние на формоизменение (усадку) при ГИП. Так, недостаточное количество порошка в капсуле приведет к искажению размеров детали в ходе цикла ГИП или даже ее разрушению (разгерметизации) [7].

Согласно результатам исследований [7–9], фракционный состав является одним из важных параметров [10], влияющих на плотность утряски, наряду с формой частиц и состоянием поверхности [11]. При определенном соотношении размеров гранул плотность упаковки можно существенно повысить [12, 13].

При наличии вибрации (особенно в вакууме) гранульные засыпки обладают способностью растекаться подобно жидкости и заполнять любые свободные полости. Однако как при наличии, так и при отсутствии вибрации они не подчиняются закону сообщающихся сосудов и, например, не поднимаются в трубку, предварительно введенную на любую глубину в емкость, куда засыпаются гранулы [6].

Проектирование капсульной оснастки требует учитывать эти факторы, определяя увеличенные габариты капсул с учетом коэффициентов усадки, полученных на основе данных по формоизменению после компактирования [14]. Как показывает практика, диски и осесимметричные капсулы, заполняемые в вертикальном положении через один патрубок, имеют искажения размеров (эллиптичность) после ГИП [7], что требует увеличения припусков (внешних размеров) на механическую обработку и приводит к увеличению расхода материалов, трудоемкости и в конечном счете сказывается на себестоимости продукции.

У предприятий-заказчиков выявлена потребность в изготовлении изделий большего размера с диаметром капсулы до 1050 мм, в том числе кольцевых заготовок. Технологию горизонтальной засыпки можно реализовать как на используемых в России установках типа УЗГК, так и на вновь создаваемых установках для заполнения и герметизации капсул.

Однако для решения вопроса о применимости этой технологии необходимо предварительно отработать ее на наиболее сложных для заполнения вариантах капсул, провести оценку результатов формоизменения и плотности полученных заготовок после ГИП.

Материалы и методы

Объектами исследования являются две капсулы, представляющие наибольший интерес для отработки технологии горизонтального заполнения:

- крупногабаритная капсула 1 массой до 350 кг и максимальным наружным диаметром до 1000 мм, массой засыпки гранул до 650 кг и диаметром компактной заготовки после ГИП до 925 мм (рис. 1, а);
- капсула 2 большого наружного диаметра (950 мм) типа «кольцо» с соотношением диаметра и высоты заготовки более 8 (рис. 1, б).

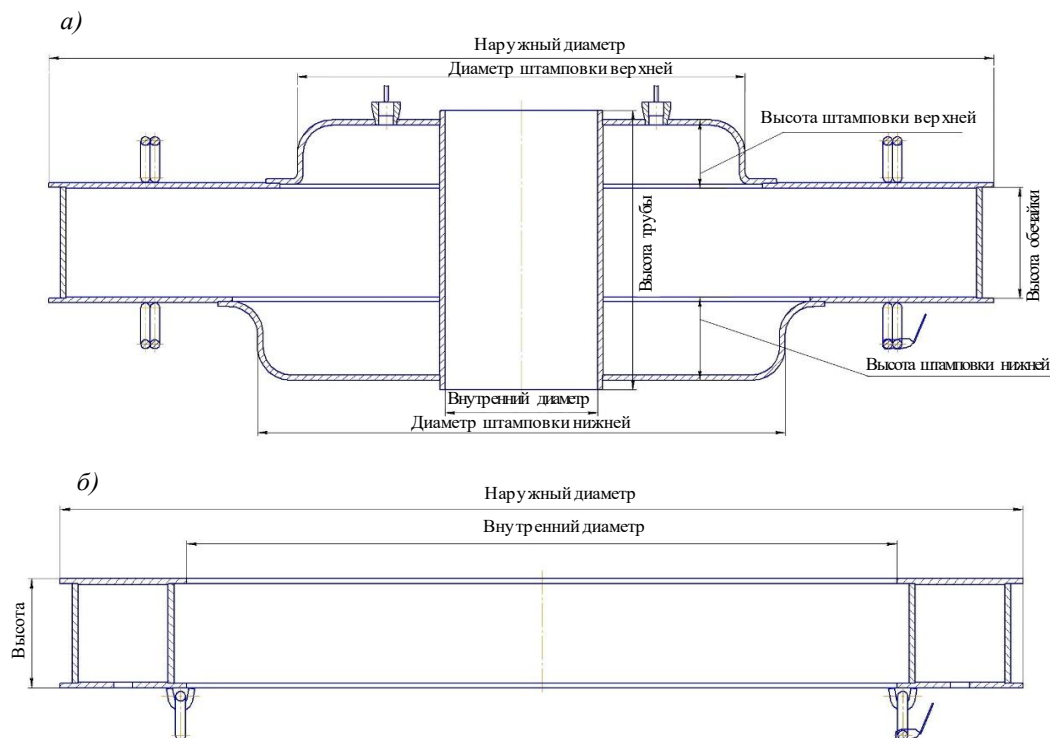


Рис. 1. Схемы конструкции капсул 1 (а) и 2 (без компенсатора) (б)

Отжиг элементов капсул и самих капсул (в сборке) проводили в вакуумных однокамерных электрических печах сопротивления с экранной теплоизоляцией и выдвижным подом по стандартному режиму, принятому в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Для заполнения капсул использованы гранулы сплава ЭП741НП, полученные методом PREP (Plasma Rotate Electrode Process – плазменная плавка и центробежное распыление быстровращающейся заготовки), рассеянные на ситовом полотне с размером ячеек 160×160 мкм. Фракционный состав гранул приведен в табл. 1. Гранулометрический состав определяли методом сухого просеивания по ГОСТ 18318–94 с использованием сит с сеткой 010, 014, 016 и 020 по ГОСТ 6613–86.

Таблица 1

Фракционный состав гранул сплава ЭП741НП, использованных для заполнения капсул 1 и 2

Размер частиц фракции, мм	Содержание фракции, %
>200	0
160–200	0,2
140–160	0,5
100–140	49,0
<100	50,3

Капсулы заполняли гранулами в камерной вакуумной установке (рис. 2). Засыпку осуществляли при горизонтальном положении капсулы с одновременным нагревом, дегазацией гранул в летящем потоке, вибрационным уплотнением и последующей герметизацией капсулы электронным лучом. Использован стандартный режим:

- вакуумирование без нагрева;
- нагрев капсулы до температуры процесса, выдержка при температуре процесса;
- подача гранул в капсулу с одновременной дегазацией и уплотнением посредством вибрационного воздействия (при температуре процесса);
- герметизация капсулы и выгрузка после охлаждения с печью.

Фактические объемы капсул определяли по методике, изложенной в работе [15], с помощью гелиевого течеискателя.

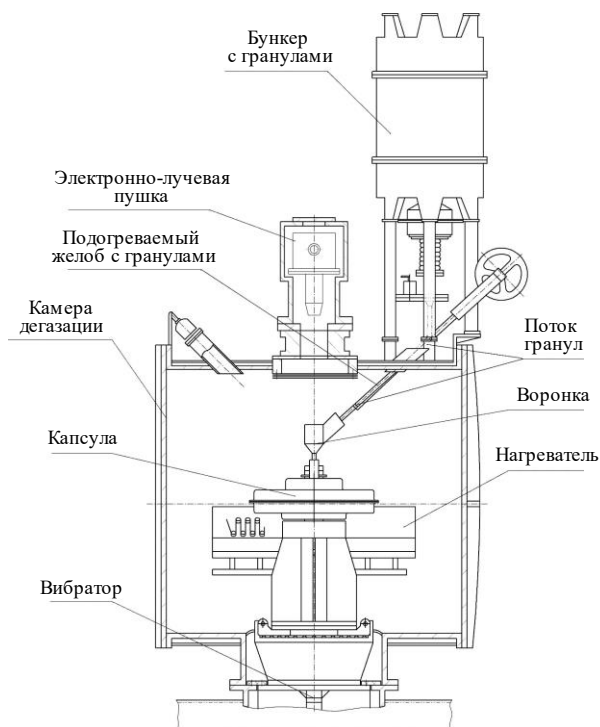


Рис. 2. Схема камерной вакуумной установки засыпки капсул гранулами и герметизации капсулы электронным лучом [7, 16]

Температуры капсулы и нагревателей установки измеряли термоэлектрическими преобразователями. После заполнения и герметизации капсул 1 и 2 проводили ГИП по режиму, принятому для сплава ЭП741НП в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Измерение размеров капсул 1 и 2 и анализ формоизменения компактных заготовок 1 и 2 после ГИП проводили с помощью рулетки по ГОСТ 7502–98 и штангенциркуля по ГОСТ 166–89.

Плотность утряски порошка в объеме капсулы вычисляли по формуле

$$\rho_{\text{утр}} = m/V,$$

где m – масса порошка в капсуле; V – объем капсулы.

Относительную плотность рассчитывали по формуле

$$\rho_{\text{отн}} = \rho_{\text{утр}}/\rho_{\text{спл}},$$

где $\rho_{\text{спл}}$ – плотность сплава (для сплава ЭП741НП $\rho_{\text{спл}} = 8,39 \text{ г/см}^3$).

Коэффициент усадки рассчитывали как соотношение соответствующих габаритных размеров до и после ГИП.

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

Результаты и обсуждение

Изготовление капсул

Основными особенностями капсулы 1 (рис. 1, а) являются ее габариты и масса. Из-за большого наружного диаметра при изготовлении применена вальцованная труба, что позволило упростить геометрические параметры капсулы и добавить жесткости конструкции, а также снизить затраты на разработку и изготовление новой дорогостоящей штамповой оснастки.

Вальцованная труба изготовлена с помощью развертки из двух частей и последующей их аргоно-дуговой сварки, так как необходимый диаметр трубы больше предусмотренного ГОСТ 8732–78.

Значимыми факторами, влияющими на получение компактных изделий с требуемыми геометрическими параметрами, являются равномерное поступление гранул в капсулу при ее заполнении и высота свободного падения частиц, обеспечивающая частицам определенную кинетическую энергию в зависимости от их массы [16, 17]. Неравномерность заполнения капсул и большая высота свободного падения гранул способны приводить к образованию зон различной крупности – сегрегации, что связано с одной из технологических характеристик сыпучих материалов – углом естественного откоса [18, 19]. Сегрегацию следует считать динамическим фактором, возникающим при свободном падении частиц.

Для уменьшения сегрегации на верхней штамповке для заполнения установлены два стандартных патрубка с межосевым расстоянием 285 мм, которое связано с максимальным углом отклонения электронного луча, обеспечивающего гарантированную качественную заварку патрубков на высоте расположения капсулы относительно электроно-лучевой пушки.

После изготовления капсулу подвергли вакуумному отжигу по серийному режиму. После сварки и отжига определены размеры капсулы (табл. 2).

Таблица 2

Размеры капсулы 1 по чертежу, после сварки и отжига

Параметры	Значения параметров, мм		
	по чертежу	после сварки	после отжига
Наружный диаметр	990,0	988,5	987,0 (988,0)*
Внутренний диаметр	161,0	161,0	160,0 (161,0)*
Диаметр штамповки верхней	472,0	467,5 (469,5)*	471,0 (472,0)*
Диаметр штамповки нижней	557,0	569,0 (572,0)*	576,0 (578,0)*
Высота трубы	318,0	318,0	316,5
Высота обечайки	120,0	119,0	119,0 (123,0)*
Высота штамповки верхней	74,0	75,5 (77,0)*	77,0 (78,0)*
Высота штамповки нижней	90,0	88,0	91,5
* Минимальное (максимальное) значение параметра.			

Анализ данных табл. 2 показывает, что размеры капсулы 1 после сварки близки к размерам по чертежу, значительные отличия выявлены только для диаметра штамповки нижней (больше на 12,0–15,0 мм).

После отжига капсулу проверили на герметичность, определили ее объем (табл. 3). Фактический объем оказался на ~6 % меньше расчетного.

Таблица 3

Объем и масса капсулы 1

Параметры	Значения параметров
Масса капсулы, кг	103,0
Объем капсулы, см ³ :	
расчетный	110474,0
фактический	104027,0
Разница расчетного и фактического объемов капсулы, см ³	6447,0

Главными особенностями конструкции капсулы 2 (рис. 1, б) являются наличие большого внутреннего отверстия и отсутствие элементов штамповки. Вместо элементов штамповки применены вальцованные трубы с изготовлением развертки из двух частей и последующей их аргоно-дуговой сваркой. Фланцы изготовили из листа толщиной 6 мм.

После сварки определены размеры капсулы 2 (табл. 4). Выявлена небольшая эллипсность как по внешнему, так и по внутреннему диаметру. Средний наружный диаметр незначительно превышает размер по чертежу, а средний внутренний диаметр меньше расчетного. Высота капсулы соответствует чертежу.

Таблица 4

Размеры капсулы 2 по чертежу и после сварки

Параметры	Значения параметров, мм	
	по чертежу	после сварки
Наружный диаметр	949,0	954,0 (959,0)*
Внутренний диаметр	677,0	673,5 (677,0)*
Высота	111,5	111,5

* Минимальное (максимальное) значение параметра.

Капсула 2 имеет большие диаметр и внутреннее отверстие, поэтому необходимо техническое решение для ее заполнения гранулами и по заварке патрубков. Из-за малого угла отклонения луча электронно-лучевой пушки невозможно заварить патрубки, расположенные по диаметру, равному ~813 мм (табл. 4).

Еще одним фактором, который следует учитывать при разработке технического решения для заполнения капсулы 2, является достижение однородности засыпки по плотности. Обеспечить минимальную сегрегацию при данной конфигурации капсулы с заполнением через одно отверстие не возможно. Неоднородность по плотности и сегрегация по крупности приводят к значимым искажениям размеров изделия после ГИП [16].

Для решения описанных задач разработана и изготовлена специальная система засыпки, которая состоит из компенсатора (емкости, принимающей гранулы) с расходящимися каналами, соединяющими компенсатор и капсулу. Таким образом решается несколько задач:

- уменьшение сегрегации гранул за счет их подачи в капсулу через несколько каналов;
- большее уплотнение за счет давления, создаваемого выше находящимися гранулами в компенсаторе;

– герметизация капсулы через единственный патрубок, расположенный по оси пушки в центральной части компенсатора.

Проведенные после изготовления и отжига капсулы замеры показали, что фактический объем капсулы с компенсатором меньше расчетного на 1,8 % (табл. 5).

Таблица 5

Объем и масса капсулы 2

Параметры	Значения параметров
Масса капсулы, кг	72,0
Расчетный объем капсулы, см ³	23063,1
Объем капсулы с компенсатором, см ³ :	
расчетный	24623,3
фактический	24180,0
Разница расчетного и фактического объемов капсулы с компенсатором, см ³ (%)	443,3 (1,8)

Анализ заполнения капсул гранулами

После заполнения и герметизации капсулы 1 и 2 с гранулами взвесили, рассчитали массу гранул в капсулах и плотность утряски (табл. 6).

Таблица 6

Масса и плотность утряски гранул в капсулах 1 и 2

Капсула	Масса гранул в капсуле, кг	Объем капсулы, см ³	Плотность утряски, г/см ³	Относительная плотность, %
1	604,0	104027,0	5,81	69,20
2	129,5	24180,0	5,36	63,88

Плотность утряски гранул в капсуле 1 составляет 5,81 г/см³, что существенно превышает средние значения для вертикального заполнения капсул (5,35–5,40 г/см³). Это обеспечит устойчивое формоизменение в процессе ГИП. Данный факт, возможно, связан с массивностью капсулы, простотой конструкции и оптимальным соотношением использованных для заполнения гранул.

Плотность утряски гранул в капсуле 2 (5,36 г/см³) находится в пределах средних значений для вертикального заполнения капсул, что также обеспечит устойчивое формоизменение капсулы в процессе ГИП.

Если для капсулы 1 высокую плотность в основном обеспечили ее большой объем и простота формы [20], то для капсулы 2 с узким сечением – наличие компенсатора и заполнение через несколько патрубков.

Анализ формоизменения компактных заготовок 1 и 2 после горячего изостатического прессования

Внешний осмотр полученной компактной заготовки 1 не выявил вздутий и аномалий формоизменения и усадки, характерных при разгерметизации капсулы.

После процесса ГИП определены размеры компактной заготовки (табл. 7), проведено сравнение габаритов капсулы 1 и компактной заготовки после ГИП, рассчитаны высотные и диаметральные коэффициенты усадки (табл. 8).

Традиционно в гранульной металлургии для оценки усадки используют основные габаритные размеры, а именно: наружный диаметр, внутренний диаметр и высоту. В данной работе для адекватного сравнения также при расчете усадки будут использованы аналогичные размеры: наружный диаметр, внутренний диаметр и высота (трубы).

Анализ данных табл. 8 показывает, что полученные коэффициенты усадки для компактной заготовки 1 с горизонтальной засыпкой и стандартные коэффициенты усадки для вертикальной засыпки различаются. При использовании горизонтальной засыпки внутренний диаметральный коэффициент увеличился, но высотный и наружный диаметральный коэффициенты уменьшились с 1,17 до 1,13 и с 1,15 до 1,12 соответственно.

Различия могут быть связаны как с ориентацией капсулы при засыпке, так и с большим объемом капсулы 1 и отсутствием сложных каналов и переходов, что обеспечило высокую насыпную плотность, которая напрямую влияет на уменьшение усадки. Кроме того, определенное влияние могли оказать конструктивные особенности капсулы. Сделать однозначный вывод затруднительно, так как отсутствуют статистические данные по засыпке капсулы аналогичного объема в вертикальном положении.

Таблица 7

**Размеры капсулы 1 и компактной заготовки
после горячего изостатического прессования (ГИП)**

Параметры	Значения параметров, мм	
	до ГИП	после ГИП
Наружный диаметр	987,0 (988,0)*	878,0
Внутренний диаметр	160,0 (161,0)*	143,2 (143,3)*
Диаметр штамповки верхней	471,0 (472,0)*	416,6 (418,0)*
Диаметр штамповки нижней	576,0 (578,0)*	512,0 (516,3)*
Высота трубы	316,5	280,0
Высота обечайки	119,0 (123,0)*	109,2 (107,7)*
Высота штамповки верхней	77,0 (78,0)*	54,8 (56,4)*
Высота штамповки нижней	91,5	77 (78)*

* Минимальное (максимальное) значение параметра.

Таблица 8

**Коэффициенты усадки компактной заготовки 1 после горячего изостатического
прессования и стандартные (при вертикальной засыпке капсул)**

Параметры	Коэффициенты усадки	
	для капсулы 1	стандартные (при вертикальной засыпке капсул)
Наружный диаметр	1,12	1,15
Внутренний диаметр	1,12	1,11
Высота (трубы)	1,13	1,17

Из всех высотных размеров наибольший коэффициент усадки в процессе ГИП (1,39) отмечен для высоты штамповки верхней. Столь значительную усадку можно объяснить тем, что патрубки, через которые заполнялась капсула, находятся на верхней штамповке, в связи с чем слои гранул в верхней штамповке имели меньшую плотность по сравнению со слоями в нижней штамповке, которые дополнительно уплотнялись под действием сил тяжести верхних слоев.

Усадка по высотным размерам неоднородна (табл. 7). Наибольшие значения высотных коэффициентов усадки получены для примененных штампованных элементов, наименьший – для обечайки, что можно объяснить разной жесткостью этих элементов.

Интересно отметить, что усадка компактной заготовки 1 произошла равномерно по высоте и диаметру, о чем свидетельствуют близкие значения коэффициентов (1,13 и 1,12 соответственно). Это возможно в условиях всестороннего сжатия (при ГИП), когда жесткость конструкции капсулы во всех направлениях практически одинакова.

Внешний осмотр компактной заготовки 2 также не выявил признаков разгерметизации в процессе ГИП. В табл. 9 представлены размеры капсулы 2 и компактной заготовки после ГИП, в табл. 10 – высотный и диаметральный коэффициенты усадки.

Таблица 9

**Размеры капсулы 2 и компактной заготовки
после горячего изостатического прессования (ГИП)**

Параметры	Значения параметров, мм		
	по чертежу	после сварки	после ГИП
Наружный диаметр	949,0	954,0 (959,0)*	856,0 (871,0)*
Внутренний диаметр	677,0	673,5 (677,0)*	571,0 (583,0)*
Высота	111,5	111,5	101,5

* Минимальное (максимальное) значение параметра.

Таблица 10

**Коэффициенты усадки компактной заготовки 2 после горячего изостатического
прессования и стандартные (при вертикальной засыпке капсул)**

Параметры	Коэффициенты усадки	
	для капсулы 2	стандартные (при вертикальной засыпке капсул)
Наружный диаметр	1,108	1,15
Внутренний диаметр	1,170	1,11
Высота	1,100	1,17

На рис. 3 представлено схематическое сравнение изменения объемов и размеров капсулы до и после ГИП.

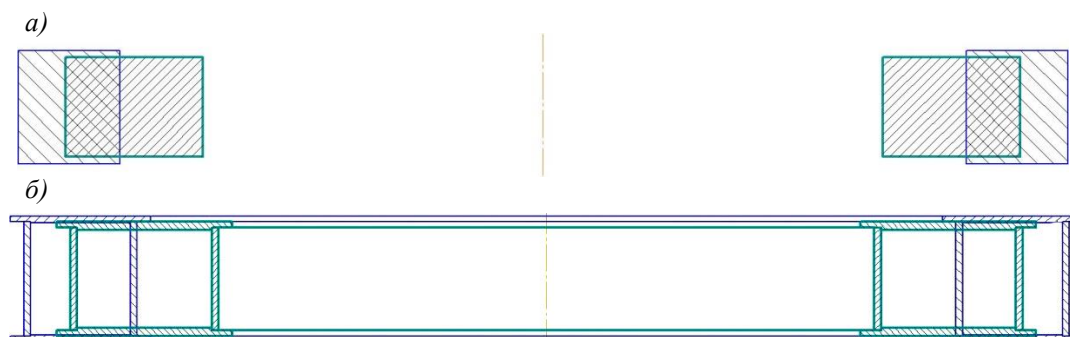


Рис. 3. Схематическое сравнение изменений объемов (а) и размеров (б) капсулы 2 до (—) и после (—) горячего изостатического прессования

При такой конструкции капсулы с вальцованными трубами, фланцами толщиной 6 мм и горизонтальной засыпкой наибольший коэффициент усадки (1,17) получен для внутреннего диаметра, что существенно выше, чем для капсулы 1 и для капсул, заполняемых вертикально. Коэффициенты усадки наружного диаметра и высоты для капсулы 2, наоборот, существенно меньше, чем для капсулы 1 и для капсул, заполняемых вертикально.

Уменьшение высотного коэффициента связано с жесткостью конструкции в высотном направлении, вследствие чего усадка произошла в основном в горизонтальном направлении вдоль центральной оси (рис. 3). О высокой жесткости конструкции в высотном направлении свидетельствуют образовавшиеся мениски (прогибы), показанные

на рис. 4. Вершины мениска – места с повышенной жесткостью (стык), где прошла минимальная усадка, центральная часть (мениск) – место с минимальной жесткостью.

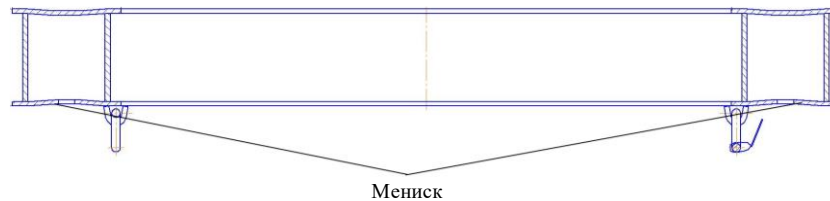


Рис. 4. Мениски, образовавшиеся в процессе горячего изостатического прессования на капсуле 2

Микроструктура компактного материала заготовки 2

Из компактной заготовки 2 как наиболее сложной для заполнения и проведения ГИП вырезано кольцо и изготовлен шлиф для определения структуры. Установлено, что структура типична для компактного материала из сплава ЭП741НП, остаточной пористости не выявлено (рис. 5). Таким образом, можно констатировать, что компактирование прошло полностью.

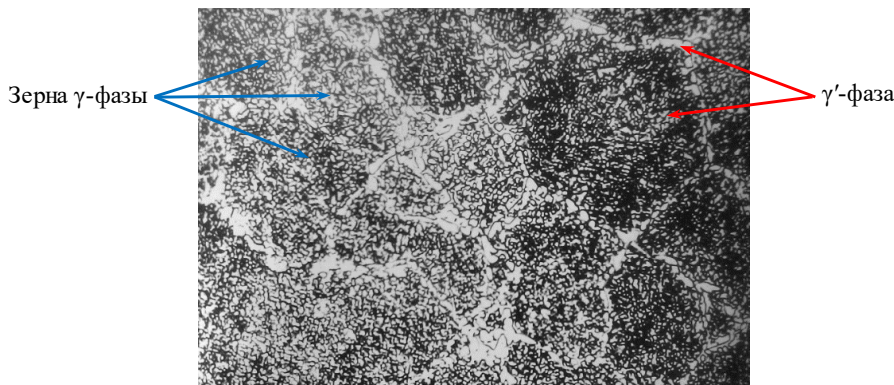


Рис. 5. Микроструктура заготовки 2 после горячего изостатического прессования: двухфазная γ/γ' -микроструктура поликристаллического никелевого жаропрочного сплава марки ЭП741НП

Заключения

Изготовлены две крупногабаритные капсулы с применением вальцованных элементов и листового металла. При этом капсула 2 изготовлена без применения штампованных элементов, капсула 1 – с двумя штампованными элементами верхней и нижней части.

Изготовленные капсулы заполнили гранулами сплава марки ЭП741НП в горизонтальном положении. Получены высокие уровни плотности утряски гранул (5,81 и 5,36 г/см³ для капсул 1 и 2 соответственно), что позволило достичь контролируемого формоизменения и отсутствия дефектов газостатирования. Не выявлено дефектов структуры в образце из материала компактной заготовки 2, что подтверждает правильность выбора материалов капсулы и технических решений по ее заполнению.

Установлено, что значительное влияние на формоизменение компактной заготовки после ГИП оказывают конструкция капсулы и ее элементы. Так, например, для капсулы 1 применение вальцованного обода (наружный диаметр) и фланцев большей толщины привело к большей усадке заготовки по штампованным элементам. Повышенная жесткость конструкции капсулы 2 в высотном направлении привела к образованию менисков и увеличению усадки в диаметральном направлении.

Полученные результаты по формоизменению крупногабаритных и кольцевых заготовок позволяют уточнить коэффициенты усадки, используемые при проектировании капсул с аналогичной конструкцией, в том числе для горизонтальной засыпки, но вместе с тем требуют дальнейшего набора статистики и уточнения.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Востриков А.В., Яшин М.С., Капитаненко Д.В. Особенности технологии производства деталей авиационных двигателей из гранул жаропрочных никелевых сплавов методом плазменной плавки и центробежного распыления литой вращающейся заготовки // *Труды ВИАМ*. 2025. № 10 (152). С. 16–26. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.12.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-16-26.
3. Мин П.Г., Вадеев В.Е. Разработка и внедрение в серийное производство нового жаропрочного никелевого сплава ВЖЛ125 для лопаток перспективных авиационных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 1 (70). С. 3–16. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-3-16.
4. Ечин А.Б., Бондаренко Ю.А., Колодяжный М.Ю., Сурова В.А. Обзор перспективных высокотемпературных жаропрочных сплавов на основе тугоплавких металлических материалов для производства газотурбинных двигателей // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 30–41. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
5. Нарский А.Р., Дейнега Г.И., Кузьмина И.Г. Получение мелкозернистой структуры отливок из жаропрочных никелевых сплавов при использовании модификатора – алюмината кобальта // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 10.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.
6. Самаров В.Н., Непомнящий В.З. Проблемы процессов металлургии гранул // *Технология легких сплавов*. 2008. № 1. С. 9–20.
7. Кошелев В.Я. Исследование процесса, разработка и внедрение промышленной технологии термической дегазации гранул жаропрочных никелевых сплавов типа ЭП741П при производстве заготовок дисков ГТД: автореф. дис. ... канд. тех. наук. М., 1985. 36 с.
8. Мусиенко В.Т. Разработка теоретических основ и технологии производства металлических порошков при высоких и сверхвысоких скоростях охлаждения методом центробежного распыления для изготовления деталей газотурбинного двигателя: автореф. дис. ... д-ра тех. наук. М., 1991. 54 с.
9. Ходкин В.И. Исследование процессов и создание технологии импульсно-механической и вакуумно-термической обработки гранул жаропрочных никелевых сплавов при производстве заготовок для двигателестроения: автореф. дис. ... д-ра тех. наук. М.: ВИЛС, 1982. 52 с.
10. Каблов Е.Н. Порошки избавляют от лишнего // *Эксперт*. 2014. № 49 (926). С. 46–51.
11. Князев А.Е., Неруш С.В., Алишин М.И., Куко И.С. Исследования технологических свойств металлпорошковых композиций титановых сплавов ВТ6 и ВТ20, полученных методом индукционной плавки и газовой атомизации // *Труды ВИАМ*. 2017. № 11 (59). С. 46–55. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-6-6.
12. Гиршов В.Л., Котов С.А., Цеменко В.Н. Современные технологии в порошковой металлургии: учеб. пособие. СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2010. С. 200–214.
13. Князев А.Е., Востриков А.В. Рассев порошков в аддитивном и гранульном производствах (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 11 (93). С. 11–20. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-11-11-20.
14. Самаров В.Н. ГИП деталей сложной формы. Итоги и проблемы // *Технология легких сплавов*. 2000. № 6. С. 69–72.

15. Шорошев Ю.Г., Рехвиашвили Э.Э., Фаткуллин О.Х. Разработка методики и установки для определения объема капсул перед горячим изостатическим прессованием гранул // *Металлургия гранул*. 1986. Вып. 3. С. 83–86.
16. Кошелев В.Я., Бувин Е.П., Кононов И.А. и др. Некоторые особенности технологии группового заполнения гранулами крупногабаритных капсул в установках типа УЗГК // *Металлургия гранул*. 1989. Вып. 5. С. 193–197.
17. Ходкин В.И., Тарарышкина Т.Л. Влияние режимов заполнения капсул гранулами на сегрегацию их по крупности // *Металлургия гранул*. 1983. Вып. 1. С. 110–114.
18. Андрианов Е.И. Методы определения структурно-механических характеристик порошкообразных материалов. М.: Химия, 1982. 255 с.
19. Кошелев В.Я., Гарибов Г.С. Влияние плотности засыпки гранул жаропрочных никелевых сплавов на формоизменение капсул при горячем изостатическом прессовании // *Технология легких сплавов*. 2013. № 1. С. 27–33.
20. Дженике Э.В. Складирование и выпуск сыпучих материалов / пер. с англ. Г.И. Арбачаковой под ред. М.И. Агошкова. М.: Мир, 1968. 164 с.

References

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Vostrikov A.V., Yashin M.S., Kapitanenko D.V. Peculiarities of the technology of production of aircraft engine parts from granules of heat-resistant nickel alloys by the method of plasma melting and centrifugal spraying of a cast rotating blank. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 16–26. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: December 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-16-26.
3. Min P.G., Vadeev V.E. The development and introduction into serial production of the new superalloy VZhL125 for the advanced aviation engines vanes. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 1 (70), pp. 3–16. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-3-16.
4. Echin A.B., Bondarenko Yu.A., Kolodyazhny M.Yu., Surova V.A. Review of perspective high-temperature superalloys based on refractory non-metallic materials for production of gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 30–41. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-30-41.
5. 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: December 10, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-3-14.
6. Samarov V.N., Nepomnyashchy V.Z. Problems of Granule Metallurgy Processes. *Tekhnologiya legkikh spлавov*, 2008, no. 1, pp. 9–20.
7. Koshelev V.Ya. *Study of the Process, Development, and Implementation of Industrial Technology for Thermal Degassing of Granules of Heat-Resistant Nickel Alloys of the EP741P Type in the Production of GTE Disk Blanks*: thesis abstract, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 1985, 36 p.
8. Musienko V.T. *Development of Theoretical Foundations and Technology for the Production of Metal Powders at High and Ultra-High Cooling Rates by Centrifugal Atomization for the Manufacture of Gas Turbine Engine Components*: thesis abstract, Dr Sc. (Tech.). Moscow, 1991, 54 p.
9. Khodkin V.I. *Research of processes and creation of technology for pulse-mechanical and vacuum-thermal treatment of granules of heat-resistant nickel alloys in the production of blanks for engine building*: thesis abstract, Dr Sc. (Tech.). Moscow: VILS, 1982, 52 p.
10. Kablov E.N. Powders eliminate excess. *Ekspert*, 2014, no. 49 (926), pp. 46–51.
11. Knyazev A.E., Nerush S.V., Alishin M.I., Kuko I.S. Researches of the technological properties of metal-powder compositions of Ti-4-6 and VT20 titanium alloys obtained by induction melting and gas atomization. *Trudy VIAM*, 2017, no. 11 (59), pp. 46–55. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: January 09, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-6-6.

12. Girshov V.L., Kotov S.A., Tsemenko V.N. *Modern technologies in powder metallurgy*: textbook. St. Petersburg: Publ. house of the Polytech. Univ., 2010, pp. 200–214.
13. Knyazev A.E., Vostrikov A.V. Sieving of powders additive and powder manufacturings (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 11 (93), pp. 11–20. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 29, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-11-11-20.
14. Samarov V.N. Hot isostatic pressing of complex-shaped parts. Results and problems. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2000, no. 6, pp. 69–72.
15. Shoroshev Yu.G., Rekhviashvili E.E., Fatkullin O.Kh. Development of a method and installation for determining the volume of capsules before hot isostatic pressing of granules. *Metallurgiya granul*, 1986, is. 3, pp. 83–86.
16. Koshelev V.Ya., Buvin E.P., Kononov I.A. et al. Some features of the technology of group filling of large-sized capsules with granules in UZGK-type installations. *Metallurgiya granul*, 1989, is. 5, pp. 193–197.
17. Khodkin V.I., Tararyshkina T.L. Effect of Granule Filling Modes in Capsules on Granule Segregation by Size. *Metallurgiya granul*, 1983, is. 1, pp. 110–114.
18. Andrianov E.I. *Methods for Determining Structural and Mechanical Characteristics of Powdered Materials*. Moscow: Khimmiya, 1982, 255 p.
19. Koshelev V.Ya., Garibov G.S. Effect of Heat-Resistant Nickel Alloy Granule Filling Density on Capsule Forming during Hot Isostatic Pressing. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2013, is. 1, pp. 27–33.
20. Dzhenike E.V. *Storage and Release of Bulk Materials*. Trans. from Engl. by G.I. Arbachakova, ed. M.I. Agoshkova. Moscow: Mir, 1968, 164 p.

Информация об авторах

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

Мин Павел Георгиевич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Логунов Александр Вячеславович, ведущий инженер, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

Aleksandr V. Logunov, Leading Engineer, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 09.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 20.04.2026.
The article was submitted 09.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 20.04.2026.

Научная статья

УДК 669.018.44

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-46-56

АНАЛИЗ ПАРАМЕТРОВ ДЕФОРМАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ МНОГОКОМПОНЕНТНОГО ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ NiCoCrWReNbAlTiC ПО МОДЕЛИ ДЖОНСОНА–КУКА

И.И. Власов¹, Г.С. Севальнев¹, И.В. Валюхова¹, О.А. Дьяченко¹

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

Аннотация. Представлен комплексный анализ деформационного упрочнения шести различных образцов жаропрочного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC, изготовленных методами литья, горячей пластической деформации и селективного лазерного спекания. Установлено, что материалы, полученные методом селективного лазерного спекания с последующей термообработкой, демонстрируют наиболее высокие характеристики деформационного упрочнения с относительным вкладом до 70 % при пластической деформации 50 %. Материал после горячей пластической деформации с последующей термической обработкой имеет максимальные значения модуля упрочнения (460,4 МПа при $\varepsilon = 0,1$).

Ключевые слова: деформационное упрочнение, модель Джонсона–Кука, селективное лазерное спекание, горячая пластическая деформация, литье, механические свойства, высокоэнтропийные сплавы

Для цитирования: Власов И.И., Севальнев Г.С., Валюхова И.В., Дьяченко О.А. Анализ параметров деформационного упрочнения многокомпонентного высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC по модели Джонсона–Кука // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 46–56. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-46-56.

Scientific article

ANALYSIS OF THE PARAMETERS OF DEFORMATION HARDENING OF A MULTICOMPONENT HIGH-ENTROPY ALLOY OF THE NiCoCrWReNbAlTiC SYSTEM ACCORDING TO THE JOHNSON–COOK MODEL

I.I. Vlasov¹, G.S. Sevalnev¹, I.V. Valyuhova¹, O.A. Dyachenko¹

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

Abstract. This paper presents a comprehensive analysis of the deformation hardening of a NiCoCrWReNbAlTiC system heat-resistant alloy, made by casting, hot plastic deformation and selective laser sintering. It is established that materials produced by selective laser sintering method with further heat treatment demonstrate the highest deformation hardening characteristics with a relative contribution of up to 70 %. The material after hot plastic deformation with subsequent heat treatment shows maximum values of the hardening modulus (460.4 MPa at $\varepsilon = 0.1$).

Keywords: deformation hardening, Johnson–Cook model, selective laser sintering, hot plastic deformation, casting, mechanical properties, high-entropy alloys

For citation: Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Valyuhova I.V., Dyachenko O.A. Analysis of the parameters of deformation hardening of a multicomponent high-entropy alloy of the NiCoCrWReNbAlTiC system according to the Johnson–Cook model. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 46–56. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-46-56.

Введение

Развитие новых материалов и технологий их получения является стратегическим направлением обеспечения технологического лидерства и национальной безопасности [1, 2]. Современное материаловедение характеризуется активным внедрением редких и редкоземельных элементов в композиции перспективных сплавов, что открывает новые возможности для создания материалов с уникальными свойствами [3–8]. Исследование деформационного упрочнения высокоэнтропийных сплавов, полученных с использованием различных технологий, является важным элементом создания научно-технического задела для разработки материалов нового поколения с заданными эксплуатационными характеристиками.

Изучение деформационного упрочнения металлических материалов имеет длительную историю. Первые систематические исследования влияния пластической деформации на прочностные свойства металлов проведены в начале XX в. Людвигом и Холломоном [9, 10]. Они установили степенную зависимость между напряжением течения и пластической деформацией, которая легла в основу современных подходов к описанию упрочнения.

В 1960–1970-х гг. значительный вклад в понимание механизмов упрочнения внесли работы Келли, Никольсона [11] и других исследователей, которые связали макроскопические характеристики упрочнения с микроструктурными изменениями в материале. Установлено, что основными механизмами упрочнения являются: дислокационное упрочнение за счет увеличения плотности дислокаций, зернограницное упрочнение (эффект Холла–Петча), упрочнение за счет дисперсных частиц и твердорастворное упрочнение. Теоретические основы пластичности и континуальные модели деформации систематизированы в фундаментальных работах [11, 12].

Модель Джонсона–Кука, предложенная в 1983 г. [13], стала революционным шагом в моделировании поведения материалов при экстремальных условиях нагружения. Ее преимущество заключается в возможности раздельного учета влияния деформации, скорости деформации и температуры на напряжение течения. Это позволяет использовать модель для широкого спектра приложений – от квазистатического нагружения до высокоскоростного удара.

Современные исследования в области аддитивных технологий производства показывают, что материалы, изготовленные методами селективного лазерного спекания (СЛС), имеют уникальные микроструктурные характеристики [14–16]. Работы ряда авторов [14, 15] демонстрируют формирование мелкозернистых структур с высокой плотностью дислокаций, что существенно влияет на механические свойства материала. Однако систематические исследования параметров деформационного упрочнения таких материалов в рамках модели Джонсона–Кука остаются ограниченными.

Горячая пластическая деформация (ГПД) как метод получения материалов с улучшенными механическими свойствами активно изучается в работах российских и зарубежных ученых [17, 18]. Исследования показывают, что контролируемая деформация при повышенных температурах позволяет формировать волокнистые структуры с преимущественной ориентацией зерен, что приводит к анизотропии свойств и высокой способности к упрочнению в определенных направлениях.

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали многокомпонентный высокоэнтропийный сплав системы NiCoCrWReNbAlTiC, в котором суммарное количество легирующих элементов не превышало 7 % (по массе). Выбор данной системы обусловлен высокими жаропрочными характеристиками и перспективностью применения в авиакосмической промышленности для изготовления деталей горячего тракта газотурбинных двигателей. В данной статье рассматривается сплав, изготовленный следующими методами:

– литье (расплав готовили в вакуумной индукционной печи при ≥ 1450 °С с последующей разливкой в медные кристаллизаторы при ≥ 150 °С, скорость охлаждения составляла 25–30 °С/с в интервале температур кристаллизации для предотвращения ликвации легирующих элементов);

– литье + термическая обработка (ТО);

– ГПД (при температуре ≤ 1200 °С со скоростью $0,3 \text{ с}^{-1}$ с промежуточными подогревами для предотвращения чрезмерного охлаждения и обеспечения оптимальной температуры деформации, степень обжатия 70 %);

– ГПД + ТО;

– СЛС (использовали порошок системы NiCoCrWReNbAlTiC (фракция частиц размером 10–63 мкм), полученный методом газовой атомизации в аргоне; процесс проводили в атмосфере аргона высокой чистоты с содержанием кислорода $< 0,05$ %);

– СЛС + ТО.

Для оценки степени деформационного упрочнения энтропийных сплавов системы Ni–Co–Cr использовали модель Джонсона–Кука [13]:

$$\sigma = (A + B\varepsilon^n)(1 + C \ln(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}))(1 - (\frac{T - T_0}{T_{melt} - T_0})^m),$$

где σ – напряжение материала, МПа; A – предел текучести материала, МПа; B – коэффициент деформационного упрочнения, характеризующий способность материала сопротивляться деформации, МПа; C – коэффициент скоростного упрочнения, характеризующий поведение материала при высоких скоростях деформации; m – показатель степени скорости деформации, характеризующий влияние скорости деформации на поведение материала; n – показатель степени деформационного упрочнения, характеризующий поведение материала при больших деформациях; T_{melt} , T_0 , T – температуры плавления материала, окружающей среды и материала соответственно, К; ε – эффективная пластическая деформация; $\varepsilon/\varepsilon_0$ – эффективная скорость пластической деформации.

Механические испытания проводили на универсальной испытательной машине с максимальным усилием 100 кН при комнатной температуре (20 ± 2 °С) и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Образцы изготавливали согласно ГОСТ 1497–2023 со следующими размерами рабочей части: длина 50 мм, диаметр 10 мм, радиус галтели 5 мм.

Деформацию измеряли с помощью экстензометра с базой 25 мм и точностью $\pm 0,5$ %. Нагрузку регистрировали встроенным силоизмерительным датчиком с погрешностью $\leq 0,5$ % от измеряемого значения. Данные записывали с частотой 10 Гц в течение всего испытания.

Параметры модели Джонсона–Кука определяли методом наименьших квадратов путем аппроксимации экспериментальных кривых деформирования в координатах «истинное напряжение–истинная деформация». Для каждого материала проводили не менее пяти параллельных испытаний с последующей статистической обработкой результатов. Доверительный интервал составлял 95 %.

Дополнительно проводили металлографические исследования на оптическом микроскопе для анализа микроструктуры материалов. Травление образцов осуществляли электролитически в 10%-ном растворе щавелевой кислоты. Методология микроскопических исследований дислокационных структур основывалась на классической работе [19].

На основе полученных параметров модели рассчитывали следующие характеристики деформационного упрочнения:

– модуль упрочнения θ ;

– относительный вклад упрочнения $\Delta\sigma/\sigma$;

– коэффициент интенсивности упрочнения $K = B/A$;

- напряжение при заданной деформации $\sigma(\varepsilon_p) = A + B\varepsilon_p^n$;
- эффективность упрочнения $\eta = (\sigma_{\varepsilon=1} - \sigma_{\varepsilon=0})/\sigma_{\varepsilon=0}$.

Анализ проводили для диапазона пластических деформаций от 0,1 до 1,0 с шагом 0,1.

Результаты и обсуждение

Структуры сплавов, полученных разными методами, представлены на рис. 1 и 2. Структура сплава после литья (рис. 1, а) характеризуется крупнозернистой дендритной структурой с размером зерна 100–150 мкм. Структура представляет собой γ -твердый раствор на основе никеля с выделениями карбидов типа MC (где M – Nb, Ti, W) преимущественно по границам зерен и в междендритных пространствах. Подобная структура типична для высоколегированных аустенитных сплавов на основе никеля [20]. Процесс ТО приводит к частичному растворению эвтектических карбидов и выделению дисперсных упрочняющих фаз (рис. 2, а).

Сплав после ГПД (рис. 1, б) имеет ярко выраженную волокнистую структуру с вытянутыми в направлении деформации зернами. Средний размер зерна составляет 30–50 мкм в поперечном сечении, 150–250 мкм – в продольном. Наблюдаются высокая плотность дислокаций, субзеренная структура и частичная динамическая рекристаллизация. Карбиды располагаются преимущественно в виде строчек вдоль направления деформации. Процесс ТО (рис. 2, б) не оказал значительного влияния на изменение структуры сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC с учетом растворения карбидных фаз в матрице.

Сплав после СЛС (рис. 1, в) характеризуется наиболее мелкозернистой структурой с размером зерна 5–15 мкм и наличием характерных ванн расплава. Структура имеет ячеистое строение, типичное для сверхбыстрой кристаллизации. Присутствуют метастабильные фазы, высокая плотность дислокаций и дисперсные наноразмерные выделения карбидов. После ТО (рис. 2, в) происходит формирование равномерно распределенных упрочняющих фаз размером 20–50 нм.

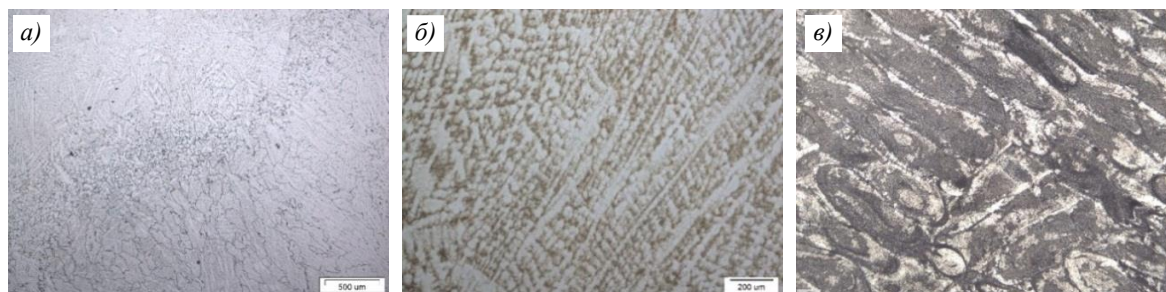


Рис. 1. Структуры многокомпонентного высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC после литья (а), горячей пластической деформации (б) и селективного лазерного спекания (в)

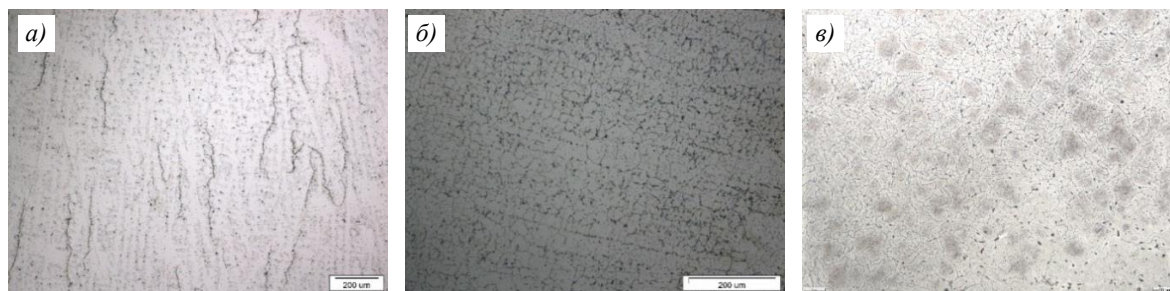


Рис. 2. Структуры многокомпонентного высокоэнтропийного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC с наложенной термической обработкой после литья (а), горячей пластической деформации (б) и селективного лазерного спекания (в)

В табл. 1 представлены определенные экспериментально параметры деформационного упрочнения для исследованных материалов. Анализ полученных данных показывает, что материалы, изготовленные с использованием современных технологий (ГПД и СЛС), демонстрируют значительно более высокие значения коэффициента деформационного упрочнения B по сравнению с традиционным литьем. Наибольшие значения $B = 900$ МПа характерны для материалов, полученных методом СЛС, что связано с формированием мелкозернистой структуры, высокой плотностью дефектов кристаллического строения и наличием дисперсных упрочняющих фаз, которые эффективно препятствуют движению дислокаций.

Таблица 1

Параметры деформационного упрочнения

Метод получения материала	A , МПа	B , МПа	n	B/A
Литье	301	79,84	0,720	0,27
Литье + ТО	330	85,24	0,550	0,26
ГПД	534	683	0,236	1,28
ГПД + ТО	414	683	0,256	1,65
СЛС	835	900	0,105	1,08
СЛС + ТО	590	900	0,139	1,53

Примечание. ТО – термическая обработка; ГПД – горячая пластическая деформация; СЛС – селективное лазерное спекание; A – предел текучести материала; B – коэффициент деформационного упрочнения, характеризующий способность материала сопротивляться деформации; n – показатель степени деформационного упрочнения, характеризующий поведение материала при больших деформациях.

Модуль упрочнения, характеризующий интенсивность изменения напряжения с увеличением деформации, представлен в табл. 2. Наибольшие значения модуля упрочнения на начальных стадиях деформации ($\varepsilon = 0,1$) демонстрируют материалы, изготовленные методом ГПД с последующей ТО (460,4 МПа). Особенностью СЛС-материалов является практически постоянный модуль упрочнения во всем исследованном диапазоне деформаций, что указывает на равномерный характер упрочнения.

Таблица 2

Модуль упрочнения при различной деформации

Метод получения материала	Модуль упрочнения, МПа, при деформации				
	0,1	0,2	0,3	0,5	1,0
Литье	140,3	108,0	88,3	65,1	39,0
Литье + ТО	129,5	111,8	100,4	82,6	60,0
ГПД	420,1	368,5	334,7	281,4	206,4
ГПД + ТО	460,4	401,9	364,3	305,3	221,3
СЛС	313,9	316,4	317,8	320,0	323,3
СЛС + ТО	403,1	398,3	395,3	390,9	384,0

Примечание. ТО – термическая обработка, ГПД – горячая пластическая деформация, СЛС – селективное лазерное спекание.

Относительный вклад деформационного упрочнения в общее напряжение течения является важной характеристикой, определяющей способность материала к дальнейшему упрочнению. На рис. 3 представлены графики зависимостей относительного вклада упрочнения от пластической деформации для исследованных материалов.

Материалы, полученные методом СЛС с последующей ТО, имеют максимальный относительный вклад упрочнения 70 % при деформации $\varepsilon = 0,5$, что свидетельствует

об исключительно высокой способности к упрочнению. Литые материалы демонстрируют относительно низкие значения вклада упрочнения (13,1–13,8 % при $\varepsilon = 0,5$), что ограничивает их применение в условиях значительных пластических деформаций. Относительный вклад упрочнения рассчитан по формуле

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0} = \frac{B\varepsilon_p^n}{A} \cdot 100\%,$$

где $\Delta\sigma$ – изменение напряжения течения, МПа; σ_0 – исходное напряжение, МПа.

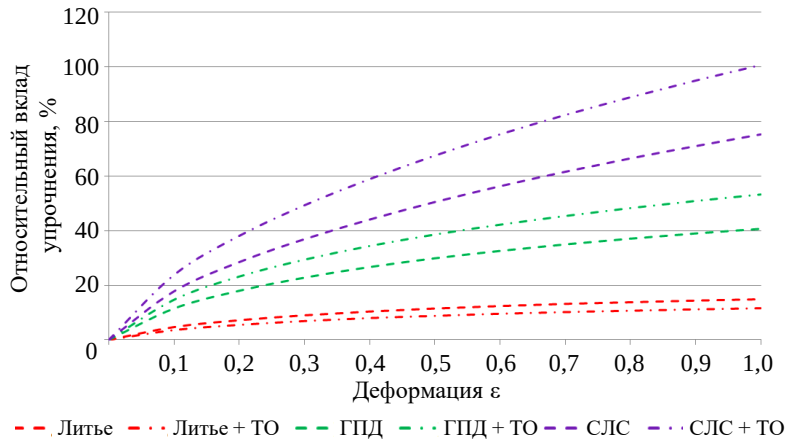


Рис. 3. Зависимости относительного вклада упрочнения от пластической деформации (ГПД – горячая пластическая деформация, СЛС – селективное лазерное спекание, ТО – термическая обработка)

Анализ показателя упрочнения n позволяет классифицировать сплав в различных состояниях по характеру упрочнения:

- интенсивное начальное упрочнение ($n > 0,5$) – материалы, полученные методом литья;
- умеренное упрочнение ($0,2 < n < 0,5$) – ГПД-материалы;
- равномерное упрочнение ($n < 0,2$) – СЛС-материалы.

Материал после СЛС с низкими значениями показателя n (0,105–0,139) отличается более равномерным распределением упрочнения по всему диапазону деформаций, что может быть предпочтительным для приложений, требующих стабильного поведения материала при больших деформациях.

Важной характеристикой способности к упрочнению является энергия упрочнения – работа, затрачиваемая на пластическую деформацию единицы объема материала. Расчет энергии упрочнения проводили интегрированием кривой упрочнения:

$$W = \int_0^{\varepsilon_{\max}} A + B\varepsilon_p^n d\varepsilon_p.$$

Результаты расчетов показали (рис. 4), что наибольшей энергией упрочнения при деформации до 50 % обладают СЛС-материалы (420 МДж/м³), что на 60 % больше по сравнению с литыми материалами (260 МДж/м³). Материалы, полученные методом ГПД, занимают промежуточное положение (380 МДж/м³).

Удельная энергия упрочнения (отнесенная к начальному пределу текучести) максимальна для материалов, полученных методом СЛС с последующей ТО, и составляет 0,71 МДж/(м³·МПа), что свидетельствует о высокой эффективности процесса упрочнения.

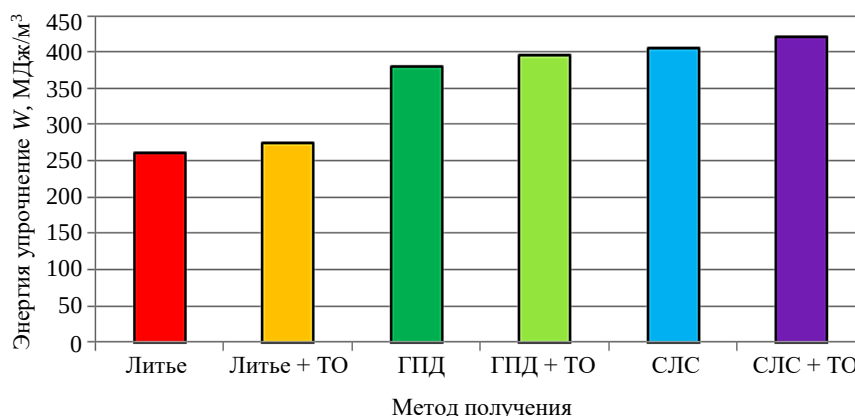


Рис. 4. Энергия упрочнения W при деформации $\varepsilon = 0,5$ (ТО – термическая обработка, ГПД – горячая пластическая деформация, СЛС – селективное лазерное спекание)

Полученные результаты демонстрируют существенное влияние технологии производства на параметры деформационного упрочнения многокомпонентного энтропийного сплава системы NiCoCrWReNbAlTiC. Сплав, изготовленный методом СЛС, имеет наилучшие характеристики упрочнения благодаря формированию микроструктуры с мелким зерном (5–15 мкм), высокой плотностью дислокаций и равномерно распределенными дисперсными упрочняющими фазами.

Процесс СЛС характеризуется высокими скоростями нагрева и охлаждения, что приводит к формированию неравновесных структур с повышенной плотностью дефектов. Это создает большое количество барьеров для движения дислокаций, обеспечивая высокую способность к деформационному упрочнению.

Сплав после ГПД демонстрирует высокие значения коэффициента B , но имеет более выраженный убывающий характер упрочнения. Это связано с формированием волокнистой структуры и текстуры в процессе ГПД, что создает направленные барьеры для движения дислокаций.

Различия в характеристиках деформационного упрочнения исследованных материалов обусловлены действием различных физических механизмов.

Дислокационное упрочнение является доминирующим механизмом для всех исследованных материалов. Однако его интенсивность существенно зависит от исходной плотности дислокаций и микроструктуры. Материалы, изготовленные методом СЛС, скорее всего, имеют наивысшую исходную плотность дислокаций, что обеспечивает высокую способность к упрочнению. Дополнительный вклад вносят дисперсные упрочняющие фазы, создающие эффективные барьеры для движения дислокаций по механизму Орована.

Зернограничное упрочнение наиболее выражено в СЛС-материалах благодаря мелкозернистой структуре. Для СЛС-материалов с размером зерна 15 мкм этот вклад в 3–4 раза больше по сравнению с литыми материалами. Подобный эффект измельчения зерна и связанное с ним повышение прочностных характеристик наблюдаются также в наноструктурных материалах, получаемых методами интенсивной пластической деформации [17].

Субструктурное упрочнение за счет ячеистой дислокационной структуры особенно важно для ГПД-материалов, где в процессе горячей деформации формируется развитая субзеренная структура. Для СЛС-материалов характерно наличие ячеистой субструктуры с размером ячеек 200–500 нм, образующейся при сверхбыстрой кристаллизации.

Упрочнение за счет внутренних напряжений имеет особое значение для СЛС-материалов из-за неравномерного охлаждения в процессе послойного синтеза. Процесс ТО частично снимает эти напряжения, изменяя характер упрочнения.

Полученные значения параметров модели Джонсона–Кука хорошо согласуются с данными научно-технической литературы для аналогичных жаропрочных никелевых сплавов [20, 21]. Для многокомпонентных сплавов на основе никеля типичные значения показателя n находятся в диапазоне 0,1–0,8, что соответствует результатам, полученным в данной работе.

Коэффициент B для традиционных материалов обычно составляет 50–200 МПа, в то время как для материалов, полученных с использованием современных технологий, он может достигать 500–1000 МПа [19–23], что также подтверждается результатами данного исследования.

Важно отметить, что СЛС-материалы на основе системы NiCoCrWReNbAlTiC демонстрируют характеристики упрочнения, превосходящие показатели традиционных литых жаропрочных сплавов, при сохранении достаточной пластичности (относительное удлинение 15–18 %).

Данное исследование ограничено анализом деформационного упрочнения при комнатной температуре и квазистатических скоростях деформации. Для полной характеристики материалов в рамках модели Джонсона–Кука необходимы дополнительные исследования влияния скорости деформации и температуры.

С точки зрения практического применения каждая технология имеет свою оптимальную область. Литье рекомендуется для изготовления крупногабаритных деталей, работающих при умеренных нагрузках, в условиях массового производства, где определяющим фактором является экономическая эффективность. Метод ГПД целесообразно применять для деталей, испытывающих анизотропные нагрузки, где требуется высокий модуль упрочнения на начальных стадиях деформации и возможна ориентация волокнистой структуры вдоль направления максимальных напряжений. Метод СЛС является оптимальным для изготовления высоконагруженных деталей сложной формы, работающих в экстремальных условиях, где требуется максимальная способность к деформационному упрочнению и высокая энергоемкость при деформации.

Процесс ТО по-разному влияет на параметры упрочнения различных материалов. Для литых образцов ТО приводит к снижению показателя n с 0,720 до 0,550 вследствие гомогенизации структуры и выравнивания свойств. В случае ГПД-материалов ТО незначительно повышает показатель n , сохраняя при этом высокий коэффициент B . Для СЛС-материалов ТО увеличивает показатель n с 0,105 до 0,139, что способствует более интенсивному упрочнению на начальных стадиях деформации при сохранении высокого значения коэффициента $B = 900$ МПа.

Заключения

Проведенное исследование позволило установить закономерности деформационного упрочнения металлических материалов, изготовленных различными методами.

Материалы, полученные методом СЛС с последующей ТО, демонстрируют наиболее высокие характеристики деформационного упрочнения с относительным вкладом до 70 % при пластической деформации 50 %. Максимальные значения модуля упрочнения (460,4 МПа) характерны для ГПД-материалов с ТО на начальных стадиях деформации. Материалы, полученные методом СЛС, отличаются равномерным характером упрочнения во всем диапазоне исследованных деформаций.

Традиционные литые материалы характеризуются ограниченной способностью к деформационному упрочнению, что может сдерживать их применение в условиях значительных пластических деформаций.

Процесс ТО по-разному влияет на различные типы материалов, что необходимо учитывать при проектировании технологических процессов.

Полученные результаты имеют важное практическое значение для обоснованного выбора технологии производства металлических изделий с требуемыми характеристиками деформационного упрочнения и могут быть использованы в инженерных расчетах и проектировании конструкций.

Список источников

1. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. № S2. С. 3–10.
2. Каблов Е.Н. Материалы для изделия «Буран» – инновационные решения формирования шестого технологического уклада // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. № S1. С. 3–9.
3. Севальнев Г.С. Бериллийсодержащие стали – перспективный материал с высоким уровнем физико-механических свойств // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 3 (72). С. 15–29. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-15-29.
4. Капланский Ю.Ю., Мазалов П.Б. Мировые тенденции развития тугоплавких высокоэнтروпийных сплавов для теплонагруженных узлов аэрокосмической техники (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). С. 30–42. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-30-42.
5. Севальнев Г.С., Коробова Е.Н., Дворецков Р.М., Дорошенко А.В., Музафарова С.Р., Самойлова И.И. Влияние степени дисперсности структуры мартенсита и размера карбидной фазы на фрикционное взаимодействие в условиях сухого трения скольжения высокоуглеродистой комплексно-легированной стали // *Труды ВИАМ*. 2022. № 6 (112). С. 15–26. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-15-26.
6. Власов И.И., Севальнев Г.С., Ляхов А.А., Нефедкин Д.Ю. Исследование структуры и механических свойств Ni–Co–Cr энтروпийного сплава в литом состоянии // *Труды ВИАМ*. 2024. № 12 (142). С. 18–30. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.03.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-18-30.
7. Каблов Е.Н., Сидоров В.В., Мин П.Г., Вадеев В.Е., Крамер В.В. Исследование и разработка технологических параметров плавки в вакууме коррозионностойких жаропрочных никелевых сплавов // *Металлург*. 2021. № 2. С. 62–67.
8. Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. Springer, 2010. 459 p.
9. Ludwik P. *Elemente der technologischen Mechanik*. Berlin: Springer, 1909. 32 p.
10. Hollomon J.H. Tensile deformation // *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*. 1945. Vol. 162. P. 268–290.
11. Kelly A., Nicholson R.B. *Strengthening Methods in Crystals*. London: Applied Science Publishers, 1971. 534 p.
12. Khan A.S., Huang S. *Continuum theory of plasticity*. John Wiley & Sons, 1995. 420 p.
13. Johnson G.R., Cook W.H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures // *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*. 1983. Vol. 21. P. 541–547.
14. Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I. Single track formation in selective laser melting of metal powders // *Journal of Materials Processing Technology*. 2010. Vol. 210. P. 1624–1631.
15. Sames W.J., List F.A., Pannala S. et al. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing // *International Materials Reviews*. 2016. Vol. 61 (5). P. 315–360.

16. Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive manufacturing of metals // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 117. P. 371–392.
17. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
18. McQueen H.J., Ryan N.D. Constitutive analysis in hot working // *Materials Science and Engineering A*. 2002. Vol. 322. P. 43–63.
19. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B. *Electron Microscopy of Thin Crystals*. London: Butterworths, 1965. 549 p.
20. Меерсон Г.А. Высокопрочные аустенитные стали. М.: Металлургия, 1982. 295 с.
21. Колачев Б.А., Ливанов В.А., Елагин В.И. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2005. 432 с.
22. Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results // *Proceedings of the Physical Society B*. 1951. Vol. 64 (9). P. 747–753.
23. Lin Y.C., Chen X.M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working // *Materials & Design*. 2011. Vol. 32. P. 1733–1759.

Reference

1. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Vershkov A.V. Rare metals and rare-earth elements are materials for modern and future high technologies. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2013, no. S2, pp. 3–10.
2. Kablov E.N. Materials for «Buran» spaceship – innovative solutions of formation of the sixth technological mode. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2013, no. S1, pp. 3–9.
3. Sevalnev G.S. Beryllium-containing steels – perspective material with a high level of physical and mechanical properties. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 3 (72), pp. 15–29. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-3-15-29.
4. Kaplanskii Yu.Yu., Mazalov P.B. World trends in the development of refractory high-entropy alloys for heat-loaded units of aerospace technics (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 30–42. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-30-42.
5. Sevalnev G.S., Korobova E.N., Dvoreckov R.M., Doroshenko A.V., Muzafarova S.-V.R., Samoilova I.I. Influence of the degree of martensitic structure dispersion and size of carbide phase on the frictional interaction under conditions of dry sliding friction of high-carbon complex alloy steel. *Trudy VIAM*, 2022, no. 6 (112), pp. 15–26. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-6-15-26.
6. Vlasov I.I., Sevalnev G.S., Lyahov A.A., Nefedkin D.Yu. Study of the structure and mechanical properties of Ni–Co–Cr entropy alloy in the cast state. *Trudy VIAM*, 2024, no. 12 (142), pp. 18–30. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: March 20, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-18-30.
7. Kablov E.N., Sidorov V.V., Min P.G., Vadeev V.E., Kramer V.V. Research and development of technological parameters for vacuum melting of corrosion-resistant heat-resistant nickel alloys. *Metallurg*, 2021, no. 2, pp. 62–67.
8. Gibson I., Rosen D.W., Stucker B. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. Springer, 2010, 459 p.
9. Ludwik P. *Elemente der technologischen Mechanik*. Berlin: Springer, 1909, 32 p.
10. Hollomon J.H. Tensile deformation. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1945, vol. 162, pp. 268–290.
11. Kelly A., Nicholson R.B. *Strengthening Methods in Crystals*. London: Applied Science Publishers, 1971, 534 p.
12. Khan A.S., Huang S. *Continuum theory of plasticity*. John Wiley & Sons, 1995, 420 p.
13. Johnson G.R., Cook W.H. A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures. *Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics*. 1983, vol. 21, pp. 541–547.
14. Yadroitsev I., Gusarov A., Yadroitsava I., Smurov I. Single track formation in selective laser melting of metal powders. *Journal of Materials Processing Technology*, 2010, vol. 210, pp. 1624–1631.

15. Sames W.J., List F.A., Pannala S. et al. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing. *International Materials Reviews*, 2016, vol. 61 (5), pp. 315–360.
16. Herzog D., Seyda V., Wycisk E., Emmelmann C. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia*, 2016, vol. 117, pp. 371–392.
17. Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. *Nanostructured materials obtained by severe plastic deformation*. Moscow: Logos, 2000, 272 p.
18. McQueen H.J., Ryan N.D. Constitutive analysis in hot working. *Materials Science and Engineering A*, 2002, vol. 322, pp. 43–63.
19. Hirsch P.B., Howie A., Nicholson R.B. *Electron Microscopy of Thin Crystals*. London: Butterworths, 1965, 549 p.
20. Meerson G.A. *High-Strength Austenitic Steels*. Moscow: Metallurgiya, 1982, 295 p.
21. Kolachev B.A., Livanov V.A., Elagin V.I. *Metallurgy and Heat Treatment of Non-Ferrous Metals and Alloys*. Moscow: MISiS, 2005, 432 p.
22. Hall E.O. The deformation and ageing of mild steel: III Discussion of results. *Proceedings of the Physical Society B*, 1951, vol. 64 (9), pp. 747–753.
23. Lin Y.C., Chen X.M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. *Materials & Design*, 2011, vol. 32, pp. 1733–1759.

Информация об авторах

Власов Иван Игоревич, инженер 2 категории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Валюхова Ирина Владимировна, техник, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Дьяченко Ольга Александровна, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Ivan I. Vlasov, Second Category Engineer, Candidate of Science (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Irina V. Valyuhova, Technician, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

Статья поступила в редакцию 10.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 03.02.2026.

The article was submitted 10.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 03.02.2026.

Научная статья

УДК 669.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-57-64

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ ТЕПЛОСТОЙКОЙ ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ КОМПЛЕКСНО-ЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ГОРЯЧЕЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Е.Н. Коробова¹, Н.А. Курпякова¹, А.В. Дорошенко¹, В.И. Громов¹

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

Аннотация. *Описаны исследования микроструктуры заготовок высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после различных режимов горячей пластической деформации (ковки) и последующей предварительной термической обработки (отжига). Показана зависимость микроструктуры стали при окончательной термической обработке от выбора температурно-временных характеристик горячей пластической деформации и последующей предварительной термической обработки. Описано влияние микроструктуры стали на обрабатываемость заготовок при проведении операций механической обработки.*

Ключевые слова: подшипник, горячая пластическая деформация, термическая обработка, карбидная неоднородность, микроструктура, твердость

Для цитирования: Коробова Е.Н., Курпякова Н.А., Дорошенко А.В., Громов В.И. Исследование микроструктуры теплоустойчивой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после горячей пластической деформации // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 57–64. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-57-64.

Scientific article

MICROSTRUCTURE STUDY OF HEAT-RESISTANT HIGH-CARBON COMPLEX-ALLOYED STEEL AFTER HOT PLASTIC DEFORMATION

E.N. Korobova¹, N.A. Kurpyakova¹, A.V. Doroshenko¹, V.I. Gromov¹

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

Abstract. *This article describes studies of the microstructure of high-carbon complex-alloyed steel blanks after various hot plastic deformation (forging) modes and subsequent preliminary heat treatment (annealing). The dependence of the steel microstructure during final heat treatment on the choice of temperature-time characteristics for hot plastic deformation and subsequent preliminary heat treatment is demonstrated. The influence of steel microstructure on the machinability of blanks during mechanical processing is described.*

Keywords: bearing, hot plastic deformation, heat treatment, carbide heterogeneity, microstructure, hardness

For citation: Korobova E.N., Kurpyakova N.A., Doroshenko A.V., Gromov V.I. Microstructure study of heat-resistant high-carbon complex-alloyed steel after hot plastic deformation. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 57–64. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-57-64.

Введение

Разработка высокопрочных высокоуглеродистых комплексно-легированных сталей для деталей, работающих в условиях сложнапряженного состояния при знакопеременных нагрузках – одна из актуальных задач современного материаловедения.

Высокопрочные стали должны обладать высокой твердостью, прочностью, контактной выносливостью, размерной стабильностью, кроме того, нередко условия работы требуют также и повышенной теплостойкости [1, 2]. Для получения нужных характеристик необходимо не только строго контролировать химический состав, наличие неметаллических включений, карбидную неоднородность материала, но и микроструктуру – один из важнейших показателей качества металла [3–7].

Получение микроструктуры, гарантирующей высокие эксплуатационные свойства изделий, зависит от многих технологических факторов, но основные это: температура при металлургических переделах, степень и скорость деформации при ковке, условия охлаждения металла после нее, правильность выбора режимов предварительной и окончательной термической обработки.

Микроструктуру деталей, изготавливаемых из комплексно-легированных высокоуглеродистых сталей, необходимо контролировать на протяжении всего металлургического передела. Важное значение в этом цикле отводится операциям горячей пластической деформации, так как микроструктура, полученная в процессековки и последующей термической обработки, имеет существенное влияние на формирование микроструктуры после окончательной термической обработки, что в итоге во многом определяет качество готового изделия [8, 9]. Дефекты микроструктуры в заготовках при проведении операций горячей пластической деформации могут возникнуть при несоблюдении технологии и температурных режимовковки, а также неправильном выборе режимов нагрева или охлаждения при предварительной термической обработке: завышении или занижении температуры и продолжительности выдержки, неправильной загрузке деталей в печь, неверном выборе охлаждающей среды [10, 11].

Материалы и методы

В качестве объектов исследования использовали образцы из теплостойкой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после горячей пластической деформации при разной температуре нагрева под ковку и одинаковых режимов охлаждения после нее.

Металлографические исследования микроструктуры проводили на металлографических шлифах после травления в 4%-ном спиртовом растворе HNO_3 и реактиве «Марбле» с использованием оптического микроскопа, оснащенного фотокамерой и программой анализа изображений в соответствии с ГОСТ 8233–56 «Сталь. Эталоны микроструктуры». Твердость измеряли по ГОСТ 9012–59 «Металлы. Метод определения твердости по Бринеллю» на универсальном твердомере.

Результаты и обсуждение

При проведении горячей пластической деформации заготовок деталей из теплостойких комплексно-легированных высокоуглеродистых сталей особое внимание необходимо уделять соблюдению температурного режима процесса. Правильно выбранная температура под пластическую деформацию, а также условия охлаждения заготовки после окончания процесса оказывают определяющее влияние на формирование микроструктуры полуфабриката (поковки), что позволяет после окончательной термообработки получить качественную микроструктуру готовой детали и, следовательно, обеспечить ее работоспособность [12].

Микроструктуры исследуемой теплостойкой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после горячей пластической деформации при разных температуре и скорости охлаждения после нее имеют существенное различие (рис. 1).

На рис. 1, *а* представлена микроструктура заготовки после горячей пластической деформации при температуре выше точки A_{c3} на 300 °С и охлаждения с температуры концаковки вместе с печью до температуры ниже 500 °С. Выбранный режим обеспечивает достаточную пластичность металла, исключает образование трещин и позволяет получить микроструктуру, состоящую из смеси мелкопластинчатого и сорбитообразного перлита с включениями избыточных фаз.

На рис. 1, *б* представлена микроструктура заготовки, полученная после окончанияковки при температуре, близкой к номинальной. При этих условиях локальные участки стали в виде твердого раствора пересыщены углеродом и легирующими элементами, что повышает стабильность аустенита и способствует формированию в микроструктуре бейнитных пятен, несмотря на то, что охлаждение заготовок проводили тоже с печью до температур ниже 500 °С. Присутствие в микроструктуре бейнита увеличивает остаточные напряжения, что может стать причиной образования трещин. Особенно опасно наличие в микроструктуре крупноигльчатого бейнита [13, 14].

Увеличение температуры нагрева выше номинальной тоже недопустимо, так как способствует активному росту аустенитного зерна, приводящему к растрескиванию заготовки. Микроструктура заготовок, прошедших деформацию с температуры на ~20 °С выше номинальной, представляет собой бейнит и карбиды легирующих элементов, а окисленные границы зерен свидетельствуют о пережоге стали, что является неисправимым браком (рис. 1, *в*).

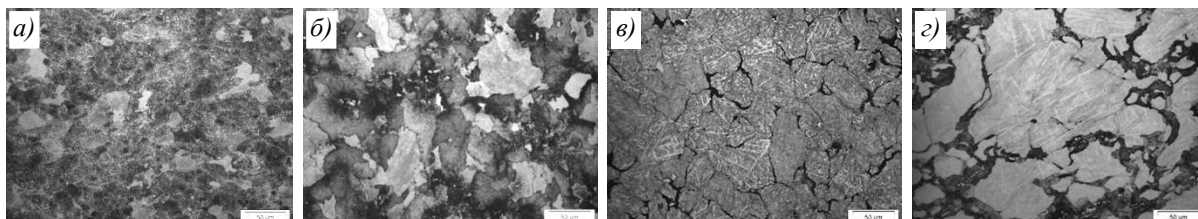


Рис. 1. Микроструктуры образцов теплостойкой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после горячей пластической деформации по различным режимам: *а* – мелкопластинчатый и сорбитообразный перлит, карбиды; *б* – сорбитообразный перлит, бейнит, карбиды; *в* – бейнит, карбиды; *з* – сорбитообразный перлит, крупноигльчатый бейнит, карбиды

Недопустимо и занижение температурыковки, так как это приводит к увеличению продолжительности процесса деформирования стали и интенсивному выделению карбидной фазы из твердого раствора. Ввиду того, что наиболее энергетически выгодным местом выделения избыточных фаз являются границы зерен, выделение карбидов по их границам приводит к снижению пластичности металла, что также может привести к растрескиванию заготовки в процессековки.

Наряду с правильным выбором температуры нагрева заготовки при горячей пластической деформации, важным фактором, влияющим на микроструктуру заготовок, является скорость охлаждения послековки [12–15]. Исследуемая сталь относится к мартенситному классу. Ускоренное охлаждение сталей такой системы легирования с температуры горячей пластической деформации приводит к образованию поверхностных и подповерхностных магистральных трещин, как правило направленных вдоль оси заготовки. Образование трещин обусловлено структурными и фазовыми напряжениями, неравномерно распределенными по объему заготовки. Кроме того, в исследуемой

стали после горячей пластической деформации, при охлаждении на воздухе, в местах ликвации углерода образуется крупноиглочатая бейнитная структура (рис. 1, *з*). Крупноиглочатый бейнит при последующей упрочняющей термической обработке способствует получению в микроструктуре недопустимого крупноиглочатого мартенсита, что приводит к охрупчиванию стали. Поэтому, чтобы избежать выделения бейнитной фазы, высокоуглеродистые комплексно-легированные стали после горячей пластической деформации следует переносить в нагретую печь и охлаждать вместе с печью до температуры не выше 500 °С, далее – на воздухе.

Заготовки из высокоуглеродистой комплексно-легированной стали послековки и охлаждения с печью имеют твердость, превышающую 269 НВ, что затрудняет механическую обработку в условиях массового производства. Для улучшения обрабатываемости резанием заготовки необходимо подвергать высокотемпературному сфероидизирующему отжигу. Заготовки при таком отжиге нагревают в интервале температур от A_{c1} до A_{cm} с последующим медленным охлаждением. После такого нагрева в аустените остается большое количество нерастворившихся включений цементита, которые служат центрами кристаллизации во время распада аустенита при охлаждении. При выборе режима сфероидизирующего отжига высокоуглеродистых сталей необходимо учитывать, что для них характерен весьма узкий температурный интервал «отжигаемости». Нижняя его граница должна находиться выше точки A_{c1} , а верхняя не должна превышать ее больше, чем на 20–30 °С, так как это приводит к образованию пластинчатого, сорбитообразного перлита с твердостью, превышающей твердость зернистого перлита. Количество сорбитообразного перлита прямо пропорционально зависит от температуры процесса. Конечная структура зернистого перлита может быть разной по дисперсности – от точечного до крупнозернистого. Это зависит не только от температуры нагрева и продолжительности выдержки, но и от скорости охлаждения после нагрева: чем меньше скорость охлаждения, тем до больших размеров вырастают глобулы карбидов при распаде аустенита. Низкая скорость охлаждения приводит к дестабилизации аустенита, что способствует полному равномерно распределенному выделению избыточных фаз по всему объему заготовки. Увеличение скорости охлаждения и исключение изотермической выдержки сопровождаются образованием неоднородной ферритно-карбидной смеси (рис. 2, *в*).

При одинаковой твердости микроструктура зернистого перлита, в сравнении с пластинчатым перлитом, дает лучшее качество поверхности после механической обработки, так как легче обрабатывается резанием, что особенно важно для работы автоматических линий в условиях массового производства [3].

При назначении режима сфероидизирующего отжига необходимо также учитывать исходную микроструктуру заготовки, полученную при охлаждении после горячей пластической деформации. Так, отжиг заготовок с исходной микроструктурой мелкопластинчатого и сорбитообразного перлита с включениями избыточных фаз обеспечивает формирование зернистого перлита в микроструктуре заготовок деталей из исследуемой теплоустойчивой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали с уменьшением твердости до 210–240 НВ (рис. 2, *а*).

Микроструктура заготовок с локальными бейнитными областями после отжига представляет собой сорбитообразный перлит с большей твердостью ~ (234–240) НВ (рис. 2, *б*). Необходимо отметить, что такая микроструктура требует увеличения длительности выдержки при отжиге, так как это способствует сфероидизации цементита в перлитной фазе.

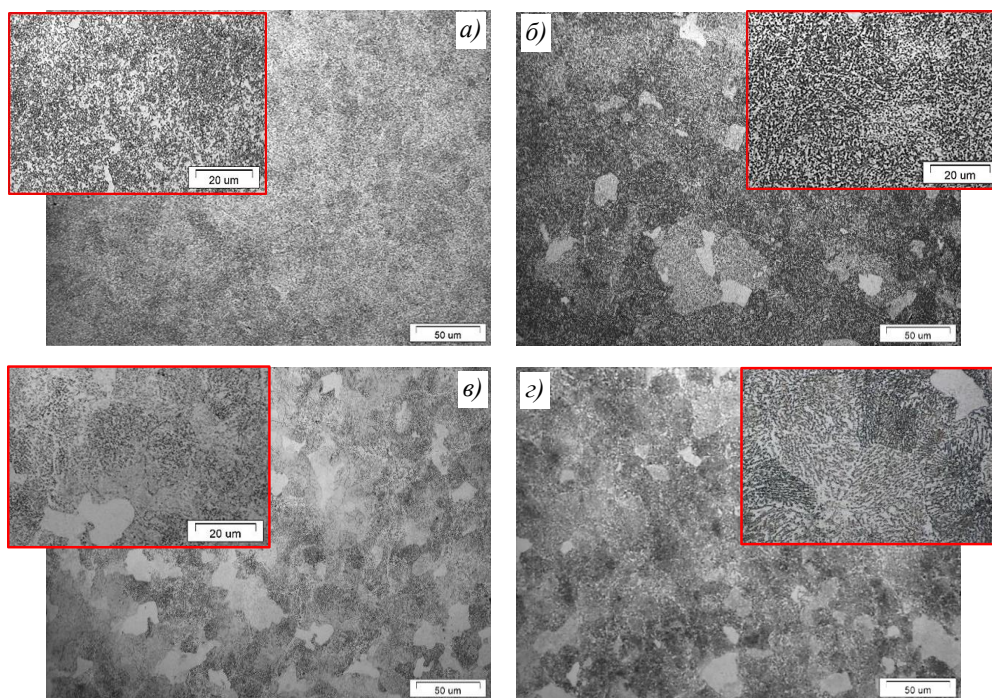


Рис. 2. Микроструктуры теплоустойчивой высокоуглеродистой комплексно-легированной стали после отжига: *а* – зернистый перлит; *б* – сорбитообразный перлит; *в* – неоднородная ферритно-карбидная смесь; *г* – мелкопластинчатый и сорбитообразный перлит

При назначении режима отжига необходимо уделять внимание скорости охлаждения заготовок. Стабильность аустенитной фазы в структуре матрицы металла зависит от скорости охлаждения при отжиге. Исследования показали, что если температура отжига ниже температуры полиморфного превращения (недогрев), то в микроструктуре исследуемой стали (как и в большинстве инструментальных сталей [3]) сохраняется пластинчатый перлит, приводящий к усложнению процесса механической обработки заготовок, несмотря на то, что твердость будет ≤ 230 НВ. Микроструктура после недогрева представляет собой участки мелкопластинчатого и сорбитообразного перлита (рис. 2, *г*).

Необходимо отметить, что получение микроструктуры зернистого перлита после отжига важно не только для улучшения механической обрабатываемости заготовок, но и для окончательной термической обработки. Исходная микроструктура мелкозернистого перлита имеет более устойчивые глобулярные карбиды, сохраняющие мелкое аустенитное зерно до относительно высоких температур (по сравнению с пластинчатым перлитом), что позволяет назначать более широкий интервал температур при выборе режимов нагрева под закалку. Растворение карбидов протекает более медленно, что дает возможность легче регулировать время, необходимое для нагрева. Особенно это важно, когда нагрев заготовок проводят в соляных ваннах, где высокая скорость нагрева и, как следствие, высока опасность перегрева деталей, образования закалочных трещин.

Карбиды пластинчатой формы, напротив, быстрее растворяются при нагреве и не задерживают рост зерна даже при температурах, не выходящих за пределы номинальных закалочных температур. Кроме того, неравномерное распределение избыточной карбидной фазы в структуре пластинчатого перлита увеличивает вероятность возникновения разнотерности. В микроструктуре наблюдаются участки разрастания отдельных зерен на мелкозернистом фоне, что нежелательно, так как степень дисперсности мартенсита напрямую зависит от величины аустенитного зерна [16, 17].

Общеизвестно, что для получения высокого уровня механических характеристик (в особенности контактной выносливости и износостойкости) после закалки необходимо получить мартенситную структуру со степенью дисперсности от скрытоигольчатого до среднеигольчатого мартенсита, поэтому после предварительной термической обработки (отжига) заготовок необходимо стремиться получить микроструктуру зернистого перлита.

Заключения

Для теплостойких высокоуглеродистых комплексно-легированных сталей формирование мелкодисперсной мартенситной структуры, обеспечивающей высокую твердость после упрочняющей термической обработки, и механические свойства напрямую зависят от правильного выбора параметров горячей пластической деформации, режимов охлаждения после нее и режима последующего сфероидизирующего отжига.

Результаты проведенных исследований показали, что оптимальный режим горячей пластической деформации высокоуглеродистых комплексно-легированных сталей и охлаждение послековки обеспечивают образование микроструктуры, состоящей из смеси мелкопластинчатого и сорбитообразного перлита с включениями избыточных фаз. Отклонение от номинального режима нагрева для проведенияковки и ускоренное охлаждение после нее приводят к формированию напряженной бейнитной структуры, являющейся причиной образования трещин. Особенно нежелательно получение в микроструктуре стали послековки и охлаждения крупноигольчатого бейнита.

Большое внимание уделено особенностям выбора режима сфероидизирующего отжига. Показано, что при назначении режима сфероидизирующего отжига необходимо учитывать исходную микроструктуру заготовки, полученную при охлаждении после горячей пластической деформации. Кроме того, сделан акцент на то, что при выборе режима сфероидизирующего отжига высокоуглеродистых комплексно-легированных сталей необходимо учитывать, что у них узкий температурный интервал процесса. Показано, что особенно нежелательно завышение температуры отжига, так как это приводит к образованию пластинчатого, сорбитообразного перлита с твердостью, превышающей твердость зернистого перлита, что затрудняет обработку резанием.

Доказано, что структура зернистого перлита не только улучшает механическую обрабатываемость заготовок деталей, но и благоприятна как основа для проведения упрочняющей термической обработки. Устойчивые глобулярные карбиды структуры зернистого перлита сохраняют мелкое аустенитное зерно до относительно высоких температур, что позволяет избежать перегрева при окончательной термической обработке и получить мелкодисперсную мартенситную структуру.

Показано, что наличие в микроструктуре пластинчатого перлита, образующегося при отступлениях от оптимального режима отжига, напротив, ухудшает обрабатываемость, а также приводит к разнотекстурности микроструктуры, увеличивает риск перегрева деталей при нагреве под закалку и, как следствие, снижает механические свойства стали после окончательной термической обработки, в связи с чем является недопустимым.

Список источников

1. 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.
2. Якушева Н.А. Высокопрочные конструкционные стали для деталей шасси перспективных изделий авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2020. № 2 (59). С. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-3-9.

3. Раузин Я.Р. Термическая обработка хромистых сталей. М.: Машиностроение, 1978. 278 с.
4. Спектор А.Г., Зельбет Б.М., Киселева С.А. Структура и свойства подшипниковых сталей. М.: Металлургия, 1980. 264 с.
5. Севальнев Г.С., Якушева Н.А., Коробова Е.Н., Дульнев К.В. Исследование кинетики диффузионного насыщения высокохромистых сталей мартенситного класса после различных видов химико-термической обработки // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 3 (68). С. 3–14. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-3-14.
6. Тоньшева О.А., Вознесенская Н.М., Громов В.И., Леонов А.В. Высокопрочная коррозионно-стойкая сталь ВНС-74 применительно к крепежным деталям авиационной техники // *Труды ВИАМ*. 2022. № 7 (113). С. 3–12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-3-12.
7. 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: 16.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-3-14.
8. Атлас дефектов стали. Пер. с нем. / под ред. проф. М.Л. Берштейна. М.: Металлургия, 1979. 188 с.
9. Контроль качества термической обработки стальных полуфабрикатов и деталей: справочник / под общ. ред. В.Д. Кальнера. М.: Машиностроение, 1984. 384 с.
10. Моисеенков В.В., Севальнев Г.С., Волков Р.Б., Дульнев К.В., Левин Е.А. Применение метода ротационнойковки для получения прутков из высокоазотистой стали ВНС-78 // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 4 (69). С. 3–15. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 16.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-3-15.
11. Разуваев Е.И., Моисеев Н.В., Капитаненко Д.В., Бубнов М.В. Современные технологии обработки металлов давлением // *Труды ВИАМ*. 2015. № 2. С. 15–19. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 16.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-3-3.
12. Сторожев М.А., Попов Е.А. Теория обработки металлов давлением. М.: Машиностроение, 1977. 423 с.
13. Металловедение и термическая обработка металлов: справочник в 3 т. / под ред. М.Л. Берштейна и А.Г. Рахштадта. М.: Металлургия, 1983. Т. II: Основы термической обработки. 368 с.
14. Геллер Ю.А. Инструментальные стали. М.: Металлургия, 1983. 525 с.
15. Люты В. Закалочные среды: справочник. Пер. с польск. / под ред. С.Б. Масленникова. Челябинск: Металлургия, 1990. 190 с.
16. Конструкционные материалы: справочник / под общ. ред. Б.Н. Арзамасова. М.: Машиностроение, 1990. 688 с.
17. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов. М.: Металлургия, 1986. 480 с.

References

1. Bakradze M.M., Voznesenskaya N.M., Leonov A.V., Krylov S.A., Tonysheva O.A. Development and research of high-strength corrosion-resistant steel for bearing parts. *Metallurg*, 2019, no. 11, pp. 39–44.
2. Yakusheva N.A. High-strength constructional steels for landing gears of perspective products of aircraft equipment. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 3–9. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-3-9.
3. Rauzin Ya.R. *Heat Treatment of Chrome Steels*. Moscow: Mashinostroenie, 1978, 278 p.
4. Spektor A.G., Zeltbet B.M., Kiseleva S.A. *Structure and Properties of Bearing Steels*. Moscow: Metallurgiya, 1980, 264 p.
5. Sevalnev G.S., Yakusheva N.A., Korobova E.N., Dulnev K.V. Study of the diffusion saturation kinetics of high-chromium carbon steels of the martensitic class after various types of chemical-heat treatment. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 3–14. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-3-14.

6. Tonysheva O.A., Voznesenskaya N.M., Gromov V.I., Leonov A.V. High strength corrosion resistant steel VNS-74 as applied to aircraft fasteners. *Trudy VIAM*, 2022, no. 7 (113), pp. 50–62. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-3-12.
7. 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: September 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-3-14.
8. *Atlas of Steel Defects*. Trans. from Germ. Ed. M.L. Bershtein. Moscow: Metallurgiya, 1979, 188 p.
9. *Quality Control of Heat Treatment of Steel Semi-finished Products and Components: Handbook*. Ed. V.D. Kalner. Moscow: Mashinostroenie, 1984, 384 p.
10. Moiseenkov V.V., Sevalnev G.S., Volkov R.B., Dulnev K.V., Levin E.A. Application of the rotational forging method for the production of bars from high-nitrogen steel VNS-78. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 3–15. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: September 16, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-3-15.
11. Razuvaev E.I., Moiseev N.V., Kapitanenko D.V., Bubnov M.V. Modern technologies of plastic working of metals. *Trudy VIAM*, 2015, no. 2, pp. 15–19. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 16, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-3-3.
12. Storozhev M.A., Popov E.A. *Theory of Metal Forming*. Moscow: Mashinostroenie, 1977, 423 p.
13. *Metal Science and Heat Treatment of Metals: Handbook in 3 vols*. Ed. M.L. Bershtein, A.G. Rakhshadt. Moscow: Metallurgiya, 1983, vol. II: Fundamentals of Heat Treatment, 368 p.
14. Geller Yu.A. *Tool Steels*. Moscow: Metallurgiya, 1983, 525 p.
15. Lyuty V. *Quenching Media: Handbook*. Trans. from Polish. Ed. S.B. Maslennikov. Chelyabinsk: Metallurgiya, 1990, 190 p.
16. *Structural Materials: Handbook*. Ed. B.N. Arzamasov. Moscow: Mashinostroenie, 1990, 688 p.
17. Novikov I.I. *Theory of Heat Treatment of Metals*. Moscow: Metallurgiya, 1986, 480 p.

Информация об авторах

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

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

Дорошенко Антон Валерьевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Громов Валерий Игоревич, заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

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

Valeriy I. Gromov, Deputy Head of Laboratory for Science, 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 10.12.2025.
The article was submitted 11.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 10.12.2025.

Научная статья

УДК 543.42:546.11

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-65-73

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАКТОРОВ НАВОДОРОЖИВАНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ТИПА VT14 ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ СТАНДАРТНЫХ ОБРАЗЦОВ СОДЕРЖАНИЯ ВОДОРОДА

А.Н. Швецова¹

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

Аннотация. *Широкое применение титановых сплавов в авиационной сфере требует разработки стандартных образцов, необходимых для точного определения и контроля уровня содержания водорода в данных материалах. Исследовано влияние факторов наводороживания, таких как продолжительность выдержки, состав электролита и концентрации в нем действующих солей и кислот, напряжение постоянного тока, на процесс насыщения водородом титанового сплава типа VT14. Проанализированы содержание и распределение водорода в образцах, полученных при различных условиях наводороживания.*

Ключевые слова: *определение водорода, спектральный метод анализа, стандартные образцы, водород в титане, электрохимическое травление*

Для цитирования: Швецова А.Н. Исследование факторов наводороживания титанового сплава типа VT14 для изготовления стандартных образцов содержания водорода // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 65–73. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-65-73.

Scientific article

RESEARCH OF THE PROCESS OF HYDROGEN SATURATION OF STANDARD SAMPLES OF TITANIUM ALLOY TYPE VT14

A.N. Shvetsova¹

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 widespread use of titanium alloys in the aviation sector requires the development of standard samples necessary for precise determination and control of hydrogen content levels in these materials. The study investigates the influence of hydrogenation factors such as holding time, electrolyte composition, and the concentration of active salts and acids in it, as well as direct current voltage on the process of hydrogen saturation of the VT14 type titanium alloy. An analysis has been conducted of hydrogen content and distribution in samples obtained under various hydrogenation conditions.*

Keywords: *hydrogen determination, spectral analysis method, standard samples, hydrogen in titanium, electrochemical etching*

For citation: Shvetsova A.N. Research of the process of hydrogen saturation of standard samples of titanium alloy type VT14. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 65–73. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-65-73.

Введение

Благодаря преимуществам перед другими конструкционными материалами, в частности благоприятному сочетанию малой массы и высокой коррозионной стойкости, титановые сплавы получили широкое распространение в авиа- и ракетостроении [1–7]. Однако избыточное содержание водорода в них может спровоцировать охрупчивание и образование дефектов [8], что негативно отражается на эксплуатационных параметрах изделий.

Одним из наиболее эффективных методов контроля газов в металле является спектральный анализ, реализация которого возможна только при наличии стандартных образцов, имеющих весь спектр концентраций водорода, необходимый для аналитического контроля процессов обработки титановых сплавов. Комплекты стандартных образцов можно получить путем наводороживания металла методами химического [9, 10] или электрохимического травления. В работах [11, 12] рассмотрены преимущества метода электрохимического травления перед химическим способом. Однако факторы наводороживания, влияющие на процесс насыщения титановых сплавов типа ВТ14 при электрохимическом травлении и распределение водорода по объему образцов, подробно не исследованы.

Уровень насыщения металла водородом при электрохимическом травлении определяют следующие факторы:

- продолжительность наводороживания;
- плотность тока;
- концентрация кислоты в электролите;
- концентрация соли/добавок в электролите;
- температура электролита.

В работе [13] изучена кинетика электрохимического наводороживания титана при различной плотности катодного тока. Эксперименты выполняли на образцах из титановой фольги марки ВТ1-0 толщиной 0,15 мм, подвергая их наводороживанию в течение 8 ч. Наиболее активное наводороживание металла происходило при плотности катодного тока 5–50 мА/см². В диапазоне 50–500 мА/см² отмечено снижение скорости процесса насыщения. При плотности тока >500 мА/см² изменение содержания водорода было минимальным.

Зависимость степени травления сплава марки ВТ1-0 от состава травителя исследована в статье [14]. Авторы варьировали концентрации фторида аммония (NH₄F) и минеральных кислот (H₃PO₄, HCl, H₂SO₄). Установлено, что в исследуемых растворах степень травления возрастает с увеличением концентрации кислоты. При этом скорость травления титана в соляной и серной кислотах на порядок больше, чем в фосфорной. Зависимость степени травления от концентрации фторида аммония имела не столь тривиальный характер. Так, с увеличением концентрации NH₄F до 0,2 моль/л степень травления возрастала, а затем уменьшалась.

В исследовании [15] изучено влияние неорганических добавок на степень насыщения водородом титанового сплава типа ВТ6. В качестве электролита использовали 1 н раствор серной кислоты. Экспериментальные условия предусматривали два уровня плотности катодного тока (1 и 20 мА/см²), а продолжительность обработки варьировали в пределах от 0,75 до 120 ч. Полученные данные свидетельствуют о том, что среди всех протестированных добавок наиболее сильное действие на процесс водородного насыщения оказывают соединения, содержащие серу.

Температура электролита – существенный фактор, определяющий количество поглощенного металлом водорода при катодном насыщении [16]. Чтобы оценить влияние температуры, авторы исследования [13] провели серию экспериментов при 20, 30,

40, 50 и 60 °С. Полученные результаты показали возрастание концентрации водорода в образцах из титановой фольги ВТ1-0 по мере повышения температуры с 20 до 50 °С. Концентрация водорода возросла с 0,38 % (по массе) при 20 °С до 0,72 % (по массе) при 50 °С, что соответствует увеличению показателя в ~2 раза. При дальнейшем повышении температуры до 60 °С существенного изменения концентрации водорода не наблюдали. Вероятно, это связано с трансформацией свойств тиокарбамида – стимулирующей добавки в электролите, которая при повышенных температурах способна разлагаться.

Степень насыщения водородом можно контролировать путем подбора оптимальных факторов наводороживания, таких как продолжительность и температура выдержки, состав электролита и концентрации в нем действующих солей и кислот, плотность тока. Цель данной работы – исследование влияния перечисленных параметров на процесс наводороживания и распределение водорода в образцах, полученных при различных условиях наводороживания.

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

Материалы и методы

Важным фактором, влияющим на процесс насыщения титановых сплавов водородом, является размер зерна металла: меньшие зерна обеспечивают более высокое насыщение водородом [17]. При неоднородной структуре зерен возможно неравномерное распределение водорода как в пределах одного образца, так и между образцами после процесса насыщения. Для получения металла с однородным зерном и равномерным фазовым составом перед процедурой насыщения образцы подвергали гомогенизирующему отжигу при температуре 830 °С в течение 3 ч с охлаждением на воздухе.

В качестве исходного материала стандартного образца выбран сплав типа ВТ14, образцы представляли собой цилиндры диаметром 12 мм и длиной 120 мм. Титановый сплав типа ВТ14 имеет следующий химический состав, % (по массе):

Al	Mo	V	Fe	Si	Zr
5,50	4,34	1,65	0,56	0,20	0,08

Для насыщения образцов водородом использован метод электрохимического насыщения, так как во время травления не происходит потери массы образца в связи с его растворением в кислоте, как при химическом травлении [11, 12]. Благодаря варьированию факторов наводороживания также можно более точно задавать необходимую концентрацию водорода в металле.

Процесс электрохимического травления титановых сплавов осуществляли путем подвода электрического тока к раствору электролита, в результате чего на поверхности титанового образца (выполняющего функции катода) происходило активное выделение водорода. Использовали электролит следующего состава (на 1 л):

Na ₂ SO ₄ (х. ч.) 20 г	H ₂ SO ₄ плотностью 1,83 г/см ³ (х. ч.) 5 мл	H ₃ PO ₄ плотностью 1,71 г/см ³ (х. ч.) 5 мл
---	--	--

Температура электрохимического наводороживания составила 25 °С, продолжительность травления – от 15 до 180 мин, напряжение постоянного тока – от 3 до 15 В.

Электрохимическая ячейка собрана по следующей схеме: катод – образец, подвергаемый наводороживанию; анод – пластина из инертного материала (графит).

Влияние концентрации (от 5 до 60 мл/л) серной кислоты в электролите изучали при неизменном содержании ортофосфорной кислоты и натрия сернокислого. Для исследования влияния натрия сернокислого его содержание варьировали от 10 до 60 мл/л, сохраняя постоянные концентрации H_2SO_4 и H_3PO_4 .

Перед загрузкой в ячейку образцы проходили подготовительную стадию – травление в специальном растворе при температуре 25 °С в течение 5 мин. Раствор для предварительного декапирования образцов имеет следующий состав, мл/л:

HNO_3 плотностью 1,4 г/см³ (х. ч.)
200

HF плотностью 1,123 г/см³ (х. ч.)
20

При насыщении образцов водородом наблюдали активное газовыделение, при этом его интенсивность оставалась стабильной на всех этапах эксперимента.

Для равномерного распределения водорода травленные образцы подвергали стабилизирующему отжигу в печи при температуре 500 °С в течение 100 ч.

Концентрацию водорода в образцах определяли на эмиссионном спектрометре Титан СЛ, в основу работы которого положен метод эмиссионного спектрального анализа, учитывающий зависимость интенсивности спектральных линий от содержания элемента в пробе. Данный метод обеспечивает определение водорода в титановых сплавах с пределом обнаружения от 0,0010 % (по массе). Суть метода заключается в измерении интенсивности излучения линии водорода в спектре, возбужденной генератором одиночной искры. Полученное излучение через оптическое волокно направляется в полихроматор, где происходит его спектральное разложение с помощью дифракционной решетки. Разложенный спектр регистрируется с помощью фотоприемников, после чего результаты передаются в компьютер для анализа и получения окончательных данных.

Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены результаты изучения влияния продолжительности наводороживания на степень насыщения водородом.

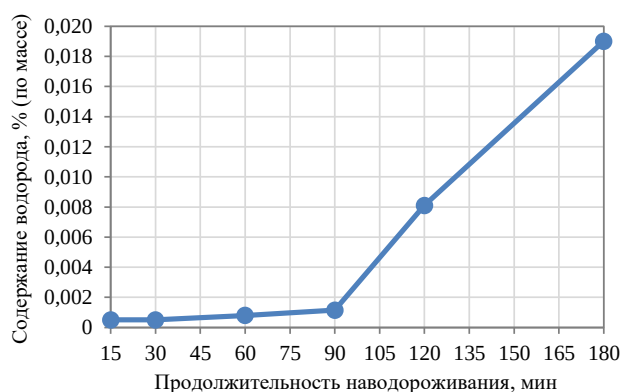


Рис. 1. Влияние продолжительности наводороживания на степень насыщения водородом (температура обработки 25 °С, напряжение постоянного тока 8 В, состав электролита (на 1 л): 5 мл H_2SO_4 , 20 г Na_2SO_4 , 5 мл H_3PO_4)

Скорость поглощения водорода на начальной стадии небольшая, но при достижении продолжительности выдержки >90 мин многократно возрастает. Возможно, меньшая скорость насыщения водородом на начальной стадии связана с поверхностными барьерами, например с очень тонким слоем оксидов, замедляющим процесс абсорбции.

К параметрам, влияющим на эффективность электрохимического травления и степень насыщения водородом, также следует отнести концентрации солей и кислот в растворе. На рис. 2 и 3 представлены графики зависимостей содержания водорода в образце от концентраций натрия сернокислого и серной кислоты.

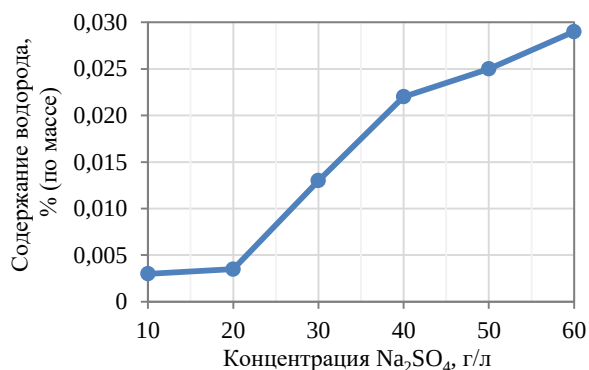


Рис. 2. Влияние концентрации натрия сернокислого на степень насыщения водородом (температура обработки 25 °С, напряжение постоянного тока 8 В, продолжительность выдержки 1 ч, состав электролита, мл/л: 5 – H_2SO_4 , 5 – H_3PO_4)

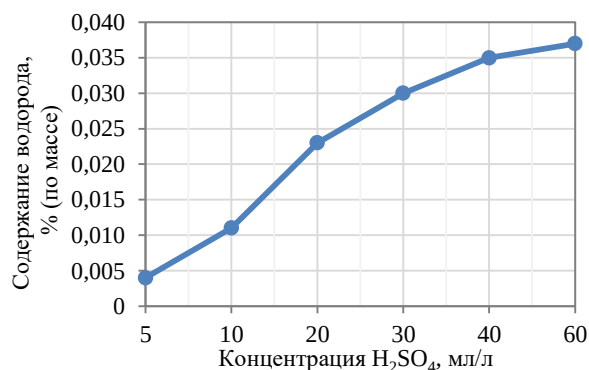


Рис. 3. Влияние концентрации серной кислоты на степень насыщения водородом (температура обработки 25 °С, напряжение постоянного тока 8 В, продолжительность выдержки 1 ч, состав электролита (на 1 л): 20 г Na_2SO_4 , 5 мл H_3PO_4)

С увеличением концентраций серной кислоты и натрия сернокислого степень насыщения водородом возрастает. Наибольший эффект на степень насыщения оказывает концентрация серной кислоты.

Величина напряжения постоянного тока также влияет на степень насыщения водородом при электрохимическом наводороживании (рис. 4).

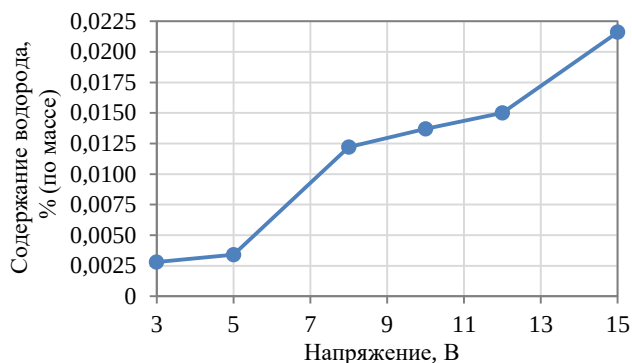


Рис. 4. Влияние напряжения постоянного тока на степень насыщения водородом (температура обработки 25 °С, продолжительность выдержки 1 ч, состав электролита (на 1 л): 5 мл H_2SO_4 , 20 г Na_2SO_4 , 5 мл H_3PO_4)

Характер полученной зависимости содержания водорода от прилагаемого напряжения объясняется тем, что повышение напряжения постоянного тока, как правило, приводит к увеличению плотности тока. Более высокая плотность тока означает, что на единицу площади поверхности металла выделяется большее количество ионов водорода, что в свою очередь приводит к увеличению содержания абсорбированного водорода.

Для оценки равномерности (по длине и сечению) распределения водорода после наводороживания проведен локальный спектральный анализ на разных участках образца, отобранного случайным образом.

Анализировали край образца, далее от него отрезали участок длиной 5 мм и повторяли анализ, и так далее до отметки 50 мм, которая означает центр прутка (рис. 5). Синим маркером обозначены места реза и проведения локального спектрального анализа.

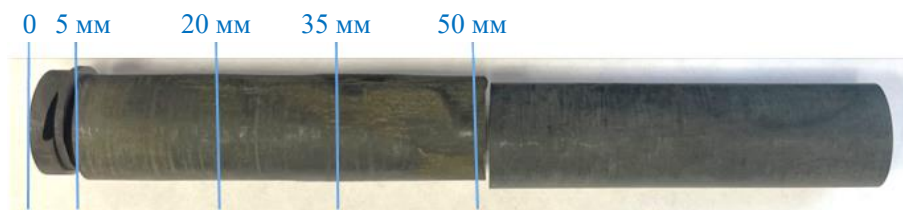


Рис. 5. Образец после наводороживания и последующего выравнивающего отжига

В таблице представлены результаты спектрального анализа на разных участках по длине данного образца.

Распределение содержания водорода по длине образца

Расстояние от края до центра образца, мм	0	5	20	35	50
Содержание водорода, % (по массе)	0,0093	0,0068	0,0070	0,0067	0,0069

Примечание. Условия травления: температура 25 °С, продолжительность 2 ч, напряжение постоянного тока 8 В, состав электролита (на 1 л): 5 мл H₂SO₄, 20 г Na₂SO₄, 5 мл H₃PO₄. Условия термообработки перед наводороживанием: 830 °С, 3 ч; после наводороживания: 500 °С, 100 ч.

На рис. 6, а представлено сечение образца на расстоянии 20 мм от его края. Проведено шесть параллельных измерений по вертикали (номера 1–6) и по горизонтали (номера 7–12). На рис. 6, б показаны результаты параллельных измерений в виде гистограммы распределения концентрации водорода в сечении.

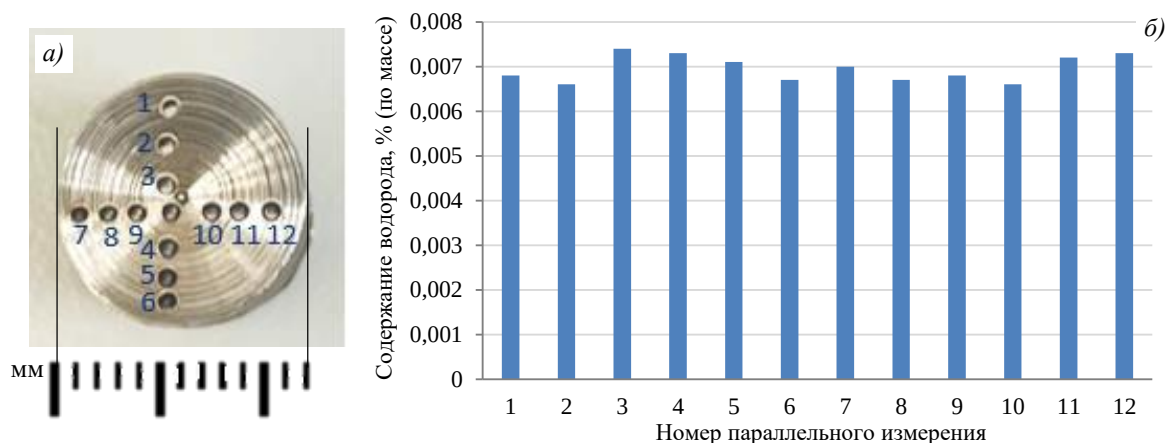


Рис. 6. Сечение на расстоянии 20 мм от края образца (а) и гистограмма распределения содержания водорода по данному сечению (б)

Если водород поступает из окружающей среды, как это происходит при электрохимическом травлении, его концентрация максимальна на поверхности образца и постепенно уменьшается к центру. Это создает градиент концентрации водорода от поверхности вглубь сечения. Со временем (при постоянной температуре) профиль выравнивается, приближаясь к равномерному распределению, если отсутствуют внутренние ловушки. Этим можно объяснить повышенное содержание водорода на краю образца, а также его равномерное распределение по длине образца начиная уже с расстояния 5 мм

от края и далее до центра прутка. Анализ параллельных измерений, проведенных с отступом ~1 мм от края образца, показывает равномерное распределение водорода по сечению. Относительная разность наибольшего и наименьшего значения по сечению составляет 10,81 %.

Заключения

На основе проделанной работы можно сделать следующие выводы.

Путем варьирования параметров электрохимического процесса можно точно контролировать степень наводороживания стандартных образцов титановых сплавов. Получаемый диапазон концентраций водорода (0,003–0,037 % (по массе)) совпадает с характерным уровнем содержания водорода в разработанных титановых сплавах.

Установлено, что, увеличивая величины факторов, влияющих на процесс насыщения водородом, таких как продолжительность наводороживания, напряжение постоянного тока, концентрации серной кислоты и натрия сернокислого, можно насыщать образцы до содержания водорода 0,037 % (по массе). При равных условиях травления наиболее значимым наводороживающим фактором является концентрация серной кислоты. Достаточное наводороживание достигается при продолжительности выдержки >90 мин.

Согласно результатам исследования распределения водорода по сечению и длине образца, полученный материал является однородным. Однако повышенное содержание водорода на краю образца свидетельствует о существовании поверхностного слоя, который рекомендуется удалить (на толщину 1 мм) для получения более однородных образцов.

По итогам выполненных работ получен материал, который можно использовать при производстве стандартных образцов для измерения массовой доли водорода в титановых сплавах.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Тенденции и ориентиры инновационного развития России: сб. науч.-информ. материалов. 3-е изд., перераб. и доп. М.: ВИАМ, 2015. 720 с.
2. Оглодков М.С., Кашапов О.С., Калашников В.С., Кондратьева А.Р. Сравнительный анализ характеристик отечественных сплавов марок ВТ8, ВТ8М, ВТ8М-1, ВТ9 и сплава Ti6242S (США) применительно к лопаткам компрессора высокого давления авиационных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 3 (76). С. 35–50. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-3-35-50.
3. Дуюнова В.А., Оглодков М.С., Путырский С.В., Кочетков А.С., Зуева О.В. Современные технологии выплавки слитков титановых сплавов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). С. 30–40. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-30-40.
4. Каблов Е.Н., Путырский С.В., Яковлев А.Л., Крохина В.А., Наприенко С.А. Исследование сопротивления усталостному разрушению штамповок из высокопрочного титанового сплава ВТ22М, изготовленных с заключительной деформацией в ($\alpha+\beta$)- и β -областях // Титан. 2021. № 1 (70). С. 26–33.
5. Краснов И.С., Ложкова Д.С., Далин М.А. Оценка дефектности заготовок из титановых сплавов для вероятностного расчета риска разрушения дисков газотурбинных двигателей в эксплуатации // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 2 (63). С. 115–122. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
6. Бондаренко Ю.А. Тенденции развития высокотемпературных металлических материалов и технологий при создании современных авиационных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 2 (55). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.

7. Дуюнова В.А., Павлова Т.В., Кашапов О.С., Чучман О.В. Долговечность поковок и штамповок из сплава ВТ6 для деталей газотурбинных двигателей и авиационной техники // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 23–35. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-23-35.
8. Колачев Б.А. Водородная хрупкость в цветных металлах. М.: Металлургия, 1966. 253 с.
9. Матюгина И.В., Плинер Ю.Л., Усов В.Н. Стандартные образцы для спектрального определения водорода в титановых сплавах // *Журнал прикладной спектроскопии*. 1972. Т. XVII. Вып. 1. С. 13–16.
10. Матюгина И.В., Плинер Ю.Л., Шихалеева Т.В., Усов В.Н. Насыщение водородом стандартных образцов для спектрального анализа сплава ВТ14 // *Труды ВНИИСО*. 1970. Вып. VI. С. 62–66.
11. Швецова А.Н., Ерошкин С.Г. Исследование процесса насыщения водородом образцов титанового сплава типа ВТ14 // *Труды ВИАМ*. 2025. № 1 (143). С. 26–34. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-26-34.
12. Швецова А.Н., Ерошкин С.Г. Исследование процесса наводороживания титановых сплавов типа ВТ5, ВТ14, ВТ22 для изготовления стандартных образцов содержания водорода // *Труды ВИАМ*. 2025. № 8 (150) С. 76–84. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-76-84.
13. Бурнышев И.Н., Калужный Д.Г. О катодном наводороживании титана // *Химическая физика и мезоскопия*. 2014. Т. 16. № 2. С. 250–256.
14. Гузеева Т.И., Леонова Л.А., Крикуненко А.С. Модификация поверхности и свойств титана медицинского назначения химическим травлением // *Известия вузов. Прикладная химия и биотехнология*. 2011. № 1. С. 120–124.
15. Wu T.-I., Wu J.-K. The effects of chemical additives on the hydrogen uptake behavior of Ti–6Al–4V alloy // *Materials Chemistry and Physics*. 2003. Vol. 80. P. 150–156.
16. Антропов Л.И. Теоретическая электрохимия. М.: Высшая школа, 1975. 568 с.
17. Резниченко В.А. Титан и его сплавы. Металлотермия и электрохимия титана. М.: Изд-во Академии наук СССР, 1961. 266 с.

References

1. Kablov E.N. *Trends and guidelines for innovative development of Russia*: collection of scientific and information materials. 3rd ed., rev. and add. Moscow: VIAM, 2015, 720 p.
2. Oglodkov M.S., Kashapov O.S., Kalashnikov V.S., Kondratieva A.R. Comparative analysis of the characteristics of domestic alloys VT8, VT8M, VT8M-1, VT9 and Ti6242S alloy (USA) as applied to high-pressure compressor blades of aircraft gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 3 (76), pp. 35–50. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-3-35-50.
3. Duyunova V.A., Oglodkov M.S., Putyrskiy S.V., Kochetkov A.S., Zueva O.V. Modern technologies for melting titanium alloy ingots (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), pp. 30–40. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-30-40.
4. Kablov E.N., Putyrskiy S.V., Yakovlev A.L., Krokhhina V.A., Naprienko S.A. Study of fatigue fracture resistance of stampings made of high-strength titanium alloy VT22M, manufactured with final deformation in the ($\alpha+\beta$)- and β -regions. *Titan*, 2021, no. 1 (70), pp. 26–33.
5. Krasnov I.S., Lozhkova D.S., Dalin M.A. Evaluation of deficiency of titanium alloy forgings for probabilistic calculation of gas turbine engine disks fracture risk. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 2 (63), pp. 115–122. Available at: <https://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-2-115-122.
6. Bondarenko Yu.A. Trends in the development of high-temperature metal materials and technologies in the production of modern aircraft gas turbine engines. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 2 (55), pp. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-2-3-11.
7. Duyunova V.A., Pavlova T.V., Kashapov O.S., Chuchman O.V. Fatigue strength of forgings from VT6 alloy for parts of gas turbine engines and aircrafts. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 23–35. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-23-35.

8. Kolachev B.A. *Hydrogen embrittlement in non-ferrous metals*. Moscow: Metallurgy, 1966, 253 p.
9. Matyugina I.V., Pliner Yu.L., Usov V.N. Certified reference materials for the spectral determination of hydrogen in titanium alloys. *Zhurnal prikladnoy spektroskopii*, 1972, vol. XVII, is. 1, pp. 13–16.
10. Matyugina I.V., Pliner Yu.L., Shikhaleeva T.V., Usov V.N. Saturation of certified reference materials for the spectral analysis of VT14 alloy with hydrogen. *Proceedings of VNIISO*, 1970, is. VI, pp. 62–66.
11. Shvetsova A.N., Eroshkin S.G. Research of the process of hydrogen saturation of samples of titanium alloy type VT14. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 26–34. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-26-34.
12. Shvetsova A.N., Eroshkin S.G. Study of the hydrogenation process of VT5, VT14, VT22 titanium alloys for the production of standard samples of hydrogen content. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 76–84. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 13, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-76-84.
13. Burnyshev I.N., Kalyuzhny D.G. On cathodic hydrogenation of titanium. *Khimicheskaya fizika i mezoskopiya*, 2014, vol. 16, no. 2, pp. 250–256.
14. Guzeeva T.I., Leonova L.A., Krikunenko A.S. Modification of the surface and properties of medical-grade titanium by chemical etching. *Izvestiya vuzov. Prikladnaya khimiya i biotekhnologiya*, 2011, no. 1, pp. 120–124.
15. Wu T.-I., Wu J.-K. The effects of chemical additives on the hydrogen uptake behavior of Ti–6Al–4V alloy. *Materials Chemistry and Physics*, 2003, vol. 80, pp. 150–156.
16. Antropov L.I. *Theoretical Electrochemistry*. Moscow: Vysshaya Shkola, 1975, 568 p.
17. Reznichenko V.A. *Titanium and Its Alloys. Metallothermy and Electrochemistry of Titanium*. Moscow: Publ. House of the USSR Academy of Sciences, 1961, 266 p.

Информация об авторах

Швецова Анастасия Николаевна, инженер,
НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ,
admin@viam.ru

Information about the authors

Anastasia N. Shvetsova, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 16.01.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 23.01.2026.
The article was submitted 16.01.2026; approved and accepted for publication after reviewing 23.01.2026.

Научная статья

УДК 678.744.33

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-74-85

ИЗУЧЕНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ СБОРКИ МАКРОМОЛЕКУЛ В ПРОЦЕССЕ ГИДРОЛИТИЧЕСКОЙ ПОЛИКОНДЕНСАЦИИ 1,1,3,3-ТЕТРАМЕТИЛ-1,3-ДИЭТОКСИДИСИЛОКСАНА

А.В. Бутузов¹

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

Аннотация. Рассмотрены результаты исследований поликонденсации «in situ» в процессе частичного гидролиза соединения $C_2H_5O(CH_3)_2SiOSi(CH_3)_2OC_2H_5$. Представлены влияние мольного соотношения реагентов на олигомерный состав продуктов частичного гидролиза и зависимости конверсии мономера от конверсии функциональных групп. Проведено сравнение закономерностей формирования макромолекул в процессах частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана и гомофункциональной конденсации 1,1,3,3-тетраметилдисилоксан-1,3-диола.

Ключевые слова: частичный гидролиз, гомофункциональная конденсация, гетерофункциональная конденсация, химическая сборка, органоалкоксисиланы, органосиланолы, органоциклоксиланы

Для цитирования: Бутузов А.В. Изучение химической сборки макромолекул в процессе гидролитической поликонденсации 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 74–85. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-74-85.

Scientific article

THE STUDY OF CHEMICAL ASSEMBLY OF MACROMOLECULES IN HYDROLYTIC POLYCONDENSATION OF 1,1,3,3-TETRAMETHYL-1,3-DIETHOXYDISILOXANE

A.V. Butuzov¹

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 describes the results of a research on polycondensation «in situ» in the processes of partial hydrolysis of $C_2H_5O(CH_3)_2SiOSi(CH_3)_2OC_2H_5$. The influence of the molar ratio of reagents on the oligomeric composition of the partial hydrolysis products and the dependence of the monomer conversion degree on conversion of functional groups are presented. A comparison of the patterns of macromolecules formation in the processes of partial hydrolysis of 1,1,3,3-tetramethyl-1,3-diethoxydisiloxane and homofunctional condensation of 1,1,3,3-tetramethyldisiloxane-1,3-diol is carried out.

Keywords: partial hydrolysis, homofunctional condensation, heterofunctional condensation, chemical assembly, organoalkoxysilanes, organosilanols, organocyclosiloxanes

For citation: Butuzov A.V. The study of chemical assembly of macromolecules in hydrolytic polycondensation of 1,1,3,3-tetramethyl-1,3-diethoxydisiloxane. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 74–85. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-74-85.

Введение

В современном мире растет заинтересованность во все более перспективных образцах авиационной и ракетно-космической техники, которая активизирует работы по созданию новых перспективных керамических материалов и совершенствованию методов их производства [1–4]. В последние годы особое внимание уделяется таким направлениям изготовления керамических материалов, которые объединяли бы технологии аддитивного производства с получением керамики из кремнийорганических полимеров-прекурсоров [5–7]. Такой синергетический подход открывает возможности для изготовления керамических изделий со сложной геометрической формой и высокой точностью воспроизведения деталей. Более того, это позволяет, варьируя химический состав и молекулярную структуру полимеров-прекурсоров, регулировать в широких пределах микроструктуру, а также элементный состав керамики. В связи с этим проведение научно-исследовательских работ, нацеленных на синтез кремнийорганических полимеров-прекурсоров для керамики, является первоочередной задачей.

Наиболее многообещающий метод получения полимеров-прекурсоров для керамических материалов – золь-гель технология [8, 9]. Специфической особенностью алкоксидов кремния является их ограниченная взаимная растворимость с водой, что характеризует процесс гидролитической поликонденсации как гетерофазный реакционно-массообменный [10]. В качестве основных объектов исследования в золь-гель процессах часто используют тетрафункциональные мономеры, такие как тетраметоксисилан (ТМОС) [11, 12] и тетраэтоксисилан (ТЭОС) [12–14], а также трифункциональные мономеры, например метилтриэтоксисилан (МТЭОС) [14, 15], метилтриметоксисилан (МТМС) [11, 16], этилтриэтоксисилан (ЭТЭОС) [17], винилтриэтоксисилан (ВТЭОС) [18], фенилтриметоксисилан (ФТМС) [19] и др. Но из-за высокой функциональности данных мономеров возникают трудности в расшифровке промежуточных и конечных составов, а также путей формирования молекулярной цепи в процессе гидролитической поликонденсации. Поэтому многие авторы (с целью изучения влияния различных факторов на химическую сборку макромолекул и конечный состав продуктов в золь-гель процессах) использовали в качестве мономера диметилдиэтоксисилан (ДМДЭОС) [11, 14, 17], который имеет функциональность, равную двум. Однако даже при переходе к более простой системе реакций, сам процесс исследования происходящих превращений и взаимодействий остается достаточно сложным.

В связи с тем, что на первых этапах гидролитической поликонденсации диметилдиэтоксисилана основным продуктом реакции является 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксан, которого при определенных условиях проведения процесса образуется до 55 % (мольн.) [20] и который во многом определяет дальнейшую сборку цепи, представляли интерес изучение реакции частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана и сравнение полученных результатов с известными закономерностями гомофункциональной конденсации (ГМФК) для 1,1,3,3-тетраметилдиэтоксидисилоксан-1,3-диола [21].

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

Материалы и методы

Синтез 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана проводили в три стадии. На первой стадии в четырехгорлую колбу, оборудованную мешалкой, капельной воронкой, обратным холодильником, термометром и водяной баней, заливали диметилдихлорсилан. Процесс этерификации диметилдихлорсилана проводили путем медленного

добавления двукратного избытка этилового спирта. Скорость прикапывания контролировали так, чтобы температура смеси не превышала 30 °С. После добавления всего количества этилового спирта смесь перемешивали при скорости вращения мешалки 1000 об/мин в течение 1 ч. Затем проводили перегонку при атмосферном давлении непрореагировавшего этилового спирта с выделившимся в ходе реакции этерификации хлористым водородом.

На второй стадии проводили частичный гидролиз полученного диметилдиэтоксисилана при мольном соотношении $\text{H}_2\text{O}/[(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2]$, равном 0,25. В четырехгорлую колбу, оборудованную мешалкой, капельной воронкой, обратным холодильником, термометром и водяной баней, заливали полученный на первой стадии диметилдиэтоксисилан. Затем при помощи капельной воронки проводили постепенное прикапывание дистиллированной воды в течение 1 ч. После добавления всего количества дистиллированной воды смесь перемешивали при скорости вращения мешалки 500 об/мин в течение 6 ч.

На третьей стадии проводили вакуумную перегонку продуктов частичного гидролиза диметилдиэтоксисилана. В результате отобрана фракция с содержанием 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксисилана 96 % (по массе).

Частичный гидролиз 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана проводили водным 0,1 нормальным раствором HCl при концентрации ацетона в смеси $[\text{D}] = 50$ % (мольн.) в микрореакторе идеального смешения периодического действия с плоским дном (объем 10 мл), снабженном мешалкой (2500 об/мин) и отражательными ребрами. Процесс осуществляли путем мгновенного ввода реагентов в реактор при мольном соотношении $\text{H}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_5\text{O}[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}[(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2]]_n$ в интервале от 0 до 1. Во время прохождения гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана отбирали пробы реакционной массы и определяли состав продуктов методом газовой-жидкостной хроматографии.

Хроматографический анализ проводили на газовом хроматографе, снабженном детектором по теплопроводности, насадочной колонкой длиной 2 м и диаметром 3 мм, заполненной неподвижной фазой SE-30 на носителе Хроматон N-AW-DMCS (в качестве газа-носителя применяли гелий). Соединения идентифицировали с помощью эталонных образцов диметилциклоксиланов $[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_p$ (где $p = 3-4$) и диметилдиэтоксисилана $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$. Идентификацию продуктов гидролиза $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}[(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2]_{n-1}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{OC}_2\text{H}_5$ (где $n = 2-9$) и $[(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_p$ (где $p = 5-6$) проводили с помощью графика зависимости времени удерживания от номера члена гомологического ряда. Содержание компонентов реакционной системы рассчитывали методом внутренней нормировки на основании площадей пиков с учетом поправочных коэффициентов на чувствительность детектора.

Конверсию мономера (X_m) и конверсию функциональных групп (X_f) рассчитывали по формулам

$$X_m = \frac{C_0 - C_t}{C_0}; \quad X_f = \frac{2(C_0 - C_t - \sum C_{nL})}{2C_0}; \quad n = \frac{C_0}{\sum C_n}; \quad X_{fpr} = \frac{2(C_0 - C_t - \sum C_{nL} - \sum C_{nD})}{2C_0},$$

где n – степень полимеризации; X_{fpr} – «приведенная» конверсия функциональных групп, которая не учитывает затраты функциональных групп при внутримолекулярных реакциях линейных молекул олигомеров; C_0 и C_t – первоначальная и текущая концентрации молекул мономера; C_{nL} и C_{nD} – текущие концентрации образованных молекул олигомеров линейного и циклического строения.

Текущие концентрации молекул мономера, а также продуктов частичного гидролиза (C_i , моль/л) рассчитывали на основе данных о первоначальной концентрации молекул мономера C_0 , соотношения материального баланса и условий нормировки:

$$C_0 - C_t = 2C_2 + 3C_3 + \dots + nC_n$$

при $\sum(C_n/\sum C_n) = 1$, где $C_n/\sum C_n = A_n$, определяемое из данных газовой-жидкостной хроматографии:

$A_n = \frac{B_n/M_n}{\sum_1^n (B_n/M_n)}$, где B – данные, полученные на хроматографе (площадь пика, уточненная при помощи поправочного коэффициента); M – молекулярная масса.

Результаты и обсуждение

Гидролитическая поликонденсация 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана (как и любых других алкоксидов кремния) принадлежит к такому типу поликонденсационных процессов, где образование реакционных центров проходит *in situ*. Отличительной особенностью их гидролитической поликонденсации от большинства поликонденсационных процессов органических соединений является то, что алкоксиды кремния и, соответственно, 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксан представляют собой момеры и олигомеры со скрытой функциональностью. Таким образом, в результате гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана происходит образование молекул интермедиатов (рис. 1), имеющих два вида реакционных центров, таких как $-\text{OH}$ и $-\text{OC}_2\text{H}_5$ (реакции (1) и (2)). Вследствие чего уже дальнейший рост цепи с образованием силоксановой связи может проходить по двум механизмам, таким как гомофункциональная конденсация (ГМФК) диметилсиланолов (реакции (5), (8) и (9)) и гетерофункциональная конденсация (ГТФК) продуктов гидролиза соединения $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}(\text{CH}_3)_2\text{Si}-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OC}_2\text{H}_5$ (реакции (3), (4), (6) и (7)). В результате взаимодействия реакционных центров одной молекулы за счет проходящих реакций внутримолекулярных гомо- и гетерофункциональной поликонденсаций (реакции (10) и (11)) образуются циклические продукты.

На рис. 2 представлены зависимости состава продуктов частичного гидролиза соединения $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_2\text{OC}_2\text{H}_5$ от продолжительности проведения процесса при разном мольном соотношении вода/мономер. Как видно из представленных зависимостей, основными продуктами реакций являются линейные олигомеры формулы $L_n \equiv \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{n-1}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{OC}_2\text{H}_5$ с $n = 1-8$ и циклические диметилсилоксаны общей формулы $D_p \equiv [(\text{CH}_3)_2\text{SiO}]_p$ с $p = 3-6$. При большом недостатке воды, когда мольное соотношение составляет 0,25 (рис. 2, а), происходит медленное расходование молекул 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана (L_2), а также наблюдается постепенное образование 1,1,3,3,5,5,7,7-октаметил-1,7-диэтокситетрасилоксана (L_4) и в меньшей степени – октаметилтетрациклосилоксана (D_4). К 70-й минуте проведения процесса частичного гидролиза мольная доля D_4 стала превалировать над долей L_4 и уже к 120-й минуте они стали составлять 0,18 и 0,14 соответственно. При увеличении мольного соотношения до 0,5 (рис. 2, б) процесс гидролитической поликонденсации L_2 проходит значительно быстрее. Зависимость количества L_4 от продолжительности эксперимента имела экстремальный характер и не превышала $>0,095$ мольных долей, при этом количество образующегося циклического тетрамера стало превышать количество линейного уже на 25-й минуте и к 120-й минуте проведения эксперимента составляло 0,45. Дальнейшее увеличение мольного соотношения (рис. 2, в) показало, что уже на 10-й минуте образование молекул D_4 значительно превышает долю L_4 и к 120-й минуте процесса приближалось к 0,74 мольных долей. При стехиометрическом соотношении воды к алкоксисилану (рис. 2, г) наблюдалось самое быстрое расходование 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана и время его полупревращения составляло 300 с. С первых минут и до окончания эксперимента основным продуктом частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана является октаметилциклотетрасилоксан D_4 . При этом также образуются небольшие количества циклических (D_5 и D_6) и линейных (от L_1 до L_9) продуктов.

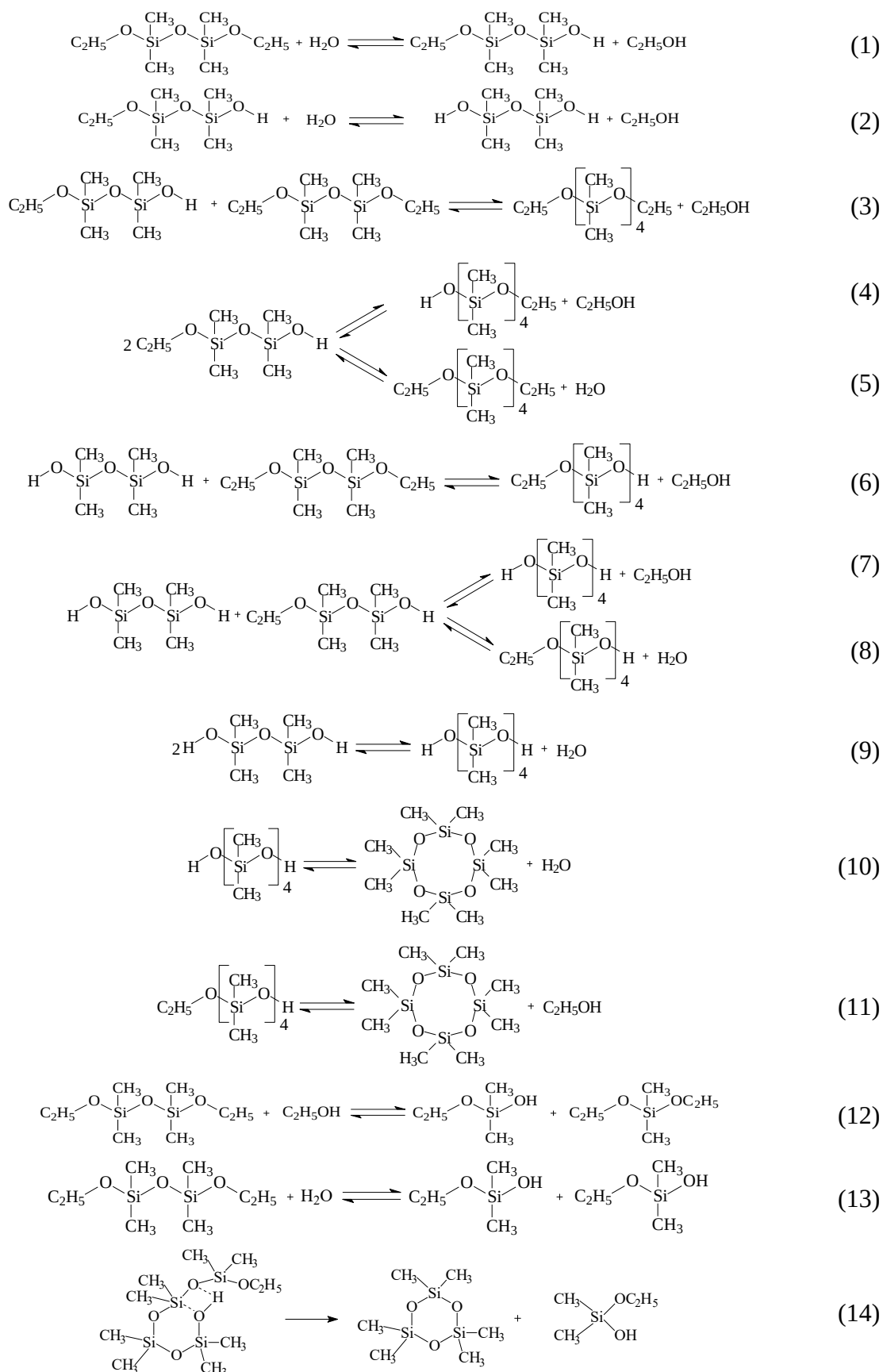


Рис. 1. Схема реакций гидролитической поликонденсации 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана

Образование нечетных линейных ($n = 1, 3, 5, 7, 9$) и циклических ($p = 3, 5$) продуктов можно объяснить прохождением реакций гидролиза и/или алкоголиза силоксановых связей 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана (реакции (12) и (13)) и реакций внутримолекулярной циклизации, проходящей за счет взаимодействия гидроксильной группы одного конца олигомера L_4 с силоксановой связью другого конца цепи (реакция (14)). В первом случае происходит образование молекул интермедиатов L_1 , которые в дальнейшем взаимодействуют с продуктами частичного гидролиза L_2 , в результате чего образуются нечетные продукты реакции. Во втором же случае образуются как интермедиат L_1 , который будет вступать в те же реакции, что и в первом случае, так и гексаметилциклотрисилоксан (D_3). Поскольку гексаметилциклотрисилоксан является напряженным циклическим продуктом [22], при данных условиях синтеза возможно раскрытие кольца с дальнейшим его взаимодействием с линейными продуктами частичного гидролиза. В результате чего также образуются нечетные линейные и циклические продукты реакций.

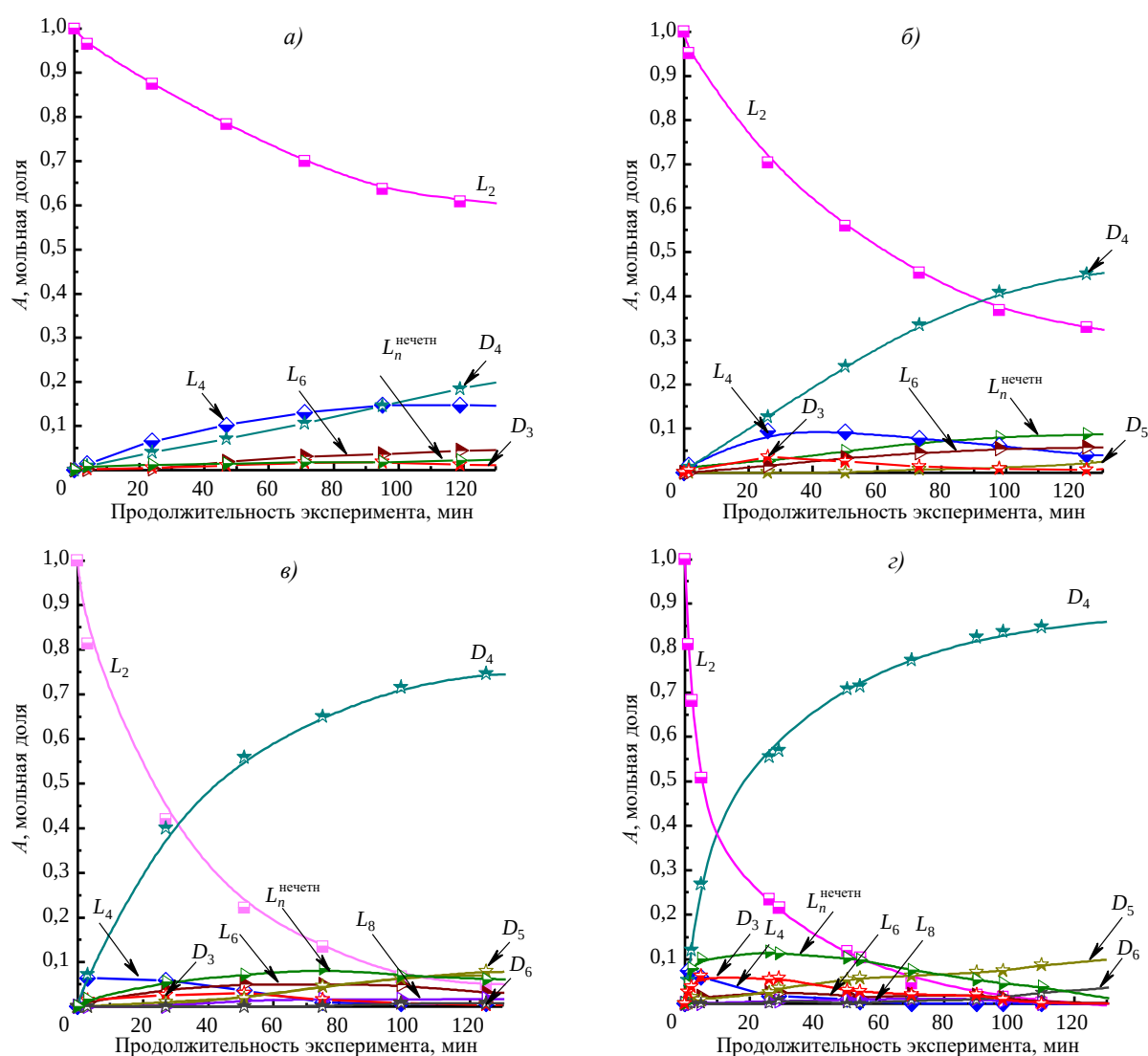


Рис. 2. Зависимости состава продуктов (A) частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана от продолжительности эксперимента при концентрации ацетона 50 % (мольн.) и мольном соотношении вода/мономер 0,25 (a); 0,5 (b); 0,75 (v) и 1 (z)

На рис. 3 представлены зависимости состава продуктов ГМФК соединения $\text{HOSi}(\text{CH}_3)_2\text{OSi}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$ от продолжительности эксперимента [21]. Анализ представленных зависимостей позволяет сделать вывод о том, что в результате реакций гидролитической поликонденсации преимущественно образуются линейные олигомеры формулы $\text{HO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_{n-1}\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$ с $n = 1-4$. Необходимо отметить, что в составе продуктов ГМФК (как $(\text{CH}_3)_2\text{Si}(\text{OH})_2$ [10], так и $\text{HO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_2\text{H}$) отсутствуют циклические продукты. Именно этим обстоятельством процесс ГМФК для 1,1,3,3-тетраметилдисилоксан-1,3-диола принципиально отличается от процесса частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана. Следует обратить особое внимание на то, что в ходе процесса образуются диметилсиландиол и линейные продукты с нечетным числом силоксановых звеньев в цепи. Данный факт свидетельствует об обратном характере процесса. Таким образом, можно заключить, что, возможно, общей характеристикой сравниваемых процессов ГМФК для 1,1,3,3-тетраметилдисилоксан-1,3-диола и частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана является их обратимый характер. При этом количество происходящих обратимых реакций в процессе ГМФК значительно больше, что характеризуется большим количеством продуктов реакции с нечетным числом силоксановых звеньев.

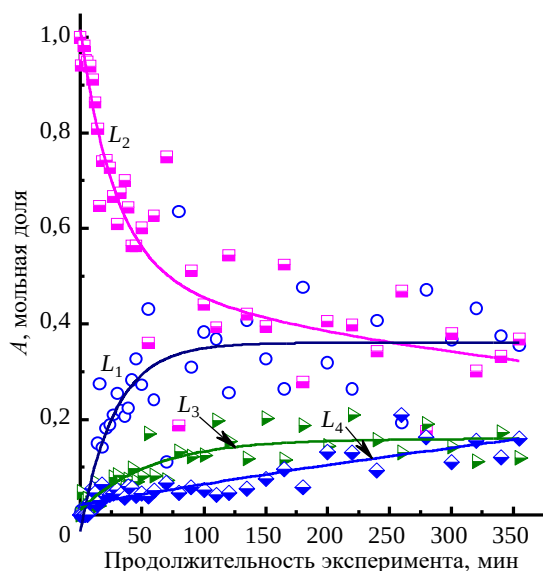


Рис. 3. Зависимости состава продуктов (A) гомофункциональной конденсации 1,1,3,3-тетраметилдисилоксан-1,3-диола ($\text{pH} = 0,95$; концентрация мономера 0,4 моль/л) при концентрации ацетона 50 % (мольн.) [21]

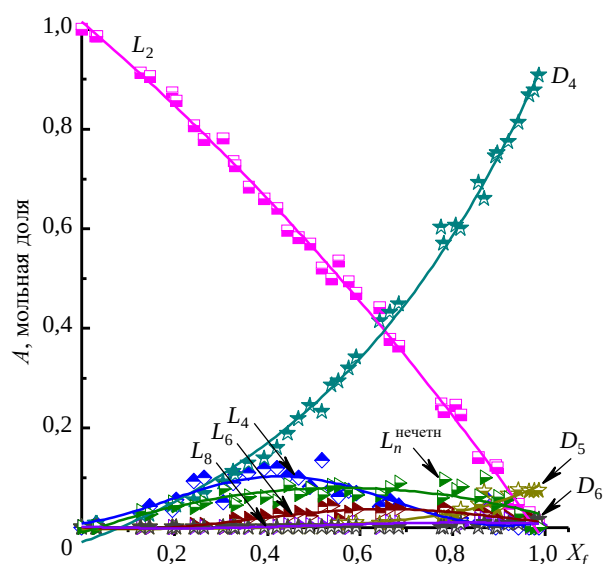


Рис. 4. Зависимости состава продуктов (A) частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана от степени превращения функциональных групп при концентрации ацетона 50 % (мольн.)

На рис. 4 представлены зависимости состава продуктов частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана от конверсии функциональных групп. Анализ представленных зависимостей $A = f(X_f)$ позволяет сделать вывод о том, что кривые, отображающие содержание линейных олигомеров L_n в смеси продуктов частичного гидролиза, характеризуются наличием экстремумов. Данный факт свидетельствует о том, что процесс формирования олигомеров протекает посредством механизма ГТФК. Повышение значения мольного соотношения воды к 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксану способствует возникновению в смеси продуктов реакций олигодиметилсилоксанов циклического строения, концентрация которых достигает практически стопроцентного уровня (≥ 99 % (мольн.)) при конверсии функциональных групп, приближающейся к 1. Данный экспериментальный результат не может быть интерпретирован

на основании механизма реакций внутримолекулярной ГМФК линейных молекул олигодиметилсилоксандиолов, поскольку для их синтеза необходимо избыточное количество воды (при мольном соотношении >2). Логично предположить, что формирование циклических олигодиметилсилоксанов осуществляется путем внутримолекулярной ГТФК олигомеров типа $C_2H_5O-[Si(CH_3)_2O]_mSi(CH_3)_2-OH$ (где $m = 2-5$). При невысокой степени конверсии функциональных групп наблюдаются конкурирующие процессы образования линейного и циклического тетрамеров. По-видимому, в условиях большого недостатка воды главным интермедиатом частичного гидролиза является 1,1,3,3-тетраметил-1-этокси-3-гидроксидисилоксан ($L_2^{(OH)(OC_2H_5)}$). В результате взаимодействия двух молекул ($L_2^{(OH)(OC_2H_5)}$) по реакции (4) образуется 1,1,3,3,5,5,7,7-тетраметил-1-этокси-7-гидроксидисилоксан ($L_4^{(OH)(OC_2H_5)}$), который с легкостью подвергается реакции внутримолекулярной гетерофункциональной циклизации с образованием октаметилциклотетрасилоксана D_4 . При этом взаимодействие молекул ($L_2^{(OH)(OC_2H_5)}$) с молекулами 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана по реакции (3) приводит к накоплению молекул L_4 , которые в отсутствие молекул воды не способны к дальнейшему процессу поликонденсации. Соответственно при возрастании мольного соотношения возрастает количество молекул интермедиата ($L_2^{(OH)(OC_2H_5)}$), что обуславливает увеличение доли реакций (4) и (11) с образованием циклического тетрамера D_4 .

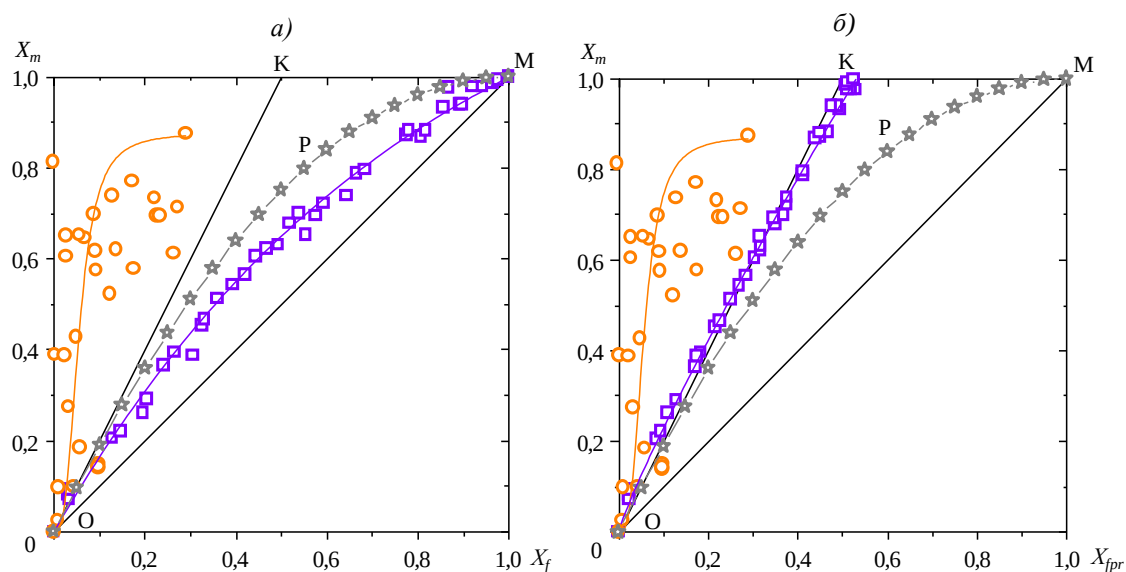


Рис. 5. Зависимости конверсии мономера от конверсии функциональных групп (а) и «приведенной» конверсии функциональных групп (б) для статистической сборки по Флори (☆), частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана (□) и гомофункциональной конденсации 1,1,3,3-тетраметилдисилоксан-1,3-диола (○)

Расхождения между механизмами образования молекул олигомеров в процессах частичного гидролиза и ГМФК определенно точно отражаются при сопоставлении зависимостей в координатах $X_m = f(X_f)$ и $X_m = f(X_{fpr})$ (рис. 5). Интерпретацию зависимостей конверсии мономера от конверсии функциональных групп проводят следующим образом. Прямая линия ОК соответствует случаю абсолютной блочной сборки макромолекул в процессах поликонденсации. В аспекте кинетики проходящих реакций это свидетельствует о том, что скорость реакции, происходящей между молекулами мономера (в данном случае $L_2 + L_2$), существенно превышает скорость реакции между функциональными группами.

и олигомером ($L_2 + L_n$), вследствие этого все молекулы мономера исчезают практически моментально. По мере того как реакционная способность олигомеров возрастает, линии зависимостей $X_m = f(X_f)$ понемногу смещаются в сторону прямой линии ОМ. Для сравнения на рис. 5 приведена линия ОРМ, которая отражает ситуацию, описанную Флори, когда все молекулы в процессе обладают равной реакционной способностью. Прямая линия ОМ описывает альтернативный крайний случай – позвенную сборку. К тому же прямая линия ОМ отвечает процессу абсолютной внутримолекулярной циклизации молекул олигомеров в гидролитической поликонденсации органо(алкокси-, ацетокси-, хлор-)силанов [10]. Зависимости конверсии мономера от конверсии функциональных групп и «приведенной» конверсии функциональных групп для процесса ГМФК для 1,1,3,3-тетраметилдисилоксана-1,3-диола располагаются на графиках левее линии ОК, что указывает на распад димера и, следовательно, на увеличение функциональных групп. Такая зависимость характеризует обратимость процесса и межцепной обмен. В частичном же гидролизе 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана, как видно из зависимости конверсии мономера от конверсии функциональных групп без учета циклообразования (рис. 5, б), образование олигомеров характеризуется блочной сборкой цепи с небольшой долей обратимости процесса. При этом, как можно видеть при сравнении рис. 5, а и б, высокая степень позвенной сборки макромолекул в координатах X_m – X_f в частичном гидролизе 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана вызвана вкладом реакций циклизации, что свидетельствует о значительном их преобладании над реакциями роста цепи. Данные факты свидетельствуют о том, что характер сборки олигомерных молекул в сравниваемых процессах ГМФК и частичного гидролиза различен, т. е. в процессе частичного гидролиза формирование олигомеров проходит преимущественно не по ГМФК молекул α,ω -дигидроксидиметилсилоксанов, а по межмолекулярной ГТФК молекул 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана с продуктами его частичного гидролиза и реакциям внутримолекулярной ГТФК молекул $\text{HO}[\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{O}]_m\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{OC}_2\text{H}_5$ (где $m = 2-5$).

Заключения

Изучены закономерности частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана в среде ацетона при различном мольном соотношении воды к мономеру. Показано, что с увеличением конверсии функциональных групп в составе продуктов увеличивается доля диметилциclosилоксанов и при функции X_f , стремящейся к 1, достигает значения $>99\%$ (мольн.). Установлено, что основным продуктом частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана является октаметилтетрациclosилоксан, содержание которого в смеси олигомеров достигает 90% (мольн.) при соотношении воды к мономеру, равном 1.

Анализ химической сборки олигодиметилсилоксанов проведен на основе сравнения зависимостей конверсии мономера от конверсии функциональных групп в процессах ГМФК 1,1,3,3-тетраметилдисилоксана-1,3-диола и частичного гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана. Установлено, что в ряду мономеров $\text{HO}(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_2\text{OH} < \text{C}_2\text{H}_5\text{O}(\text{CH}_3)_2\text{SiOSi}(\text{CH}_3)_2\text{OC}_2\text{H}_5$ возрастает доля позвенной сборки олигомерных молекул путем ГМФК 1,1,3,3-тетраметилдисилоксана-1,3-диола и путем ГТФК продуктов гидролиза 1,1,3,3-тетраметил-1,3-диэтоксидисилоксана. Позвенность химической сборки в рассматриваемом ряду мономеров объясняется увеличением доли реакций внутри- и межмолекулярной ГТФК.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.

2. Каблов Е.Н. Настоящее и будущее аддитивных технологий // *Металлы Евразии*. 2017. № 1. С. 2–6.
3. Каблов Е.Н. Аддитивные технологии – доминанта национальной технологической инициативы // *Интеллект и технологии*. 2015. № 2 (11). С. 52–55.
4. 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: 28.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.
5. 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: 28.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
6. Lacelle T., Sampson K.L., Sarvestani H.Y. et al. Additive manufacturing of polymer derived ceramics: Materials, methods, and applications // *APL Materials*. 2023. Vol. 11. P. 1–29. DOI: 10.1063/5.0151661.
7. 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.
8. Шестаков А.М. Керамика на основе кремнийорганических полимеров-прекурсоров: способы получения и свойства (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. № 11 (93). С. 76–92. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 28.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-11-76-92.
9. Паращенко Н.М., Тупиков А.С., Лыженков З.А., Головкин Д.С. Обзор керамических материалов, получаемых из полимеров (PDC). Часть 1. Предкерамические полимеры и производство PDC-материалов // *Труды ВИАМ*. 2025. № 8 (150). С. 134–151. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 23.09.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-134-151.
10. Тарасова Е.М., Бутузов А.В., Черкасова А.А., Иванов П.В. Изучение химической сборки макромолекул в поликонденсации дифункциональных диметилсиланов // *Тонкие химические технологии*. 2016. Т. 11. № 1. С. 59–66.
11. Zhang Z., Sakka S. Hydrolysis and polymerization of dimetildiethoxysilane, methyltrimethoxysilane and tetramethoxysilane in presence of aluminum acetylacetonate. A complex catalyst for the formation of siloxanes // *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 1999. Vol. 16. P. 209–220.
12. Рахимов В.И., Рахимова О.В., Семов М.П. Кинетика начальных стадий золь-гель процесса. III. Эволюция ассоциатов кремнезема // *Физика и химия стекла*. 2009. Т. 35. № 2. С. 163–169.
13. Лебедева Ю.Е., Попович Н.В., Орлова Л.А., Чайникова А.С., Гращенков Д.В. Исследование реологических свойств растворов при золь-гель синтезе материалов в системе $Y_2O_3-SiO_2$ // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. № S6. С. 67–72. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s6-67-72.
14. Zhai Q., Zhou C., Zhao S. et al. Kinetic study of alkoxysilane Hydrolysis under acidic conditions by fourier transform near infrared spectroscopy combined with partial least-squares model // *Industrial and Engineering Chemistry Research*. 2014. Vol. 53. P. 13598–13609. DOI: 10.1021/ie5012195.
15. Sugahara Y., Okada S., Kuroda K., Kato C. ^{29}Si NMR study of hydrolysis and initial polycondensation processes of organoalkoxysilanes. II. Methyltriethoxysilane // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1994. Vol. 167. P. 21–38. DOI: 10.1016/S0022-3093(05)80802-6.
16. Dong H., Lee M., Zhang Z. et al. Methyltrimethoxysilane sol-gel polymerization in acidic ethanol solutions studied by ^{29}Si NMR spectroscopy // *Journal of Sol-Gel Science and Technology*. 2003. Vol. 28. P. 5–14. DOI: 10.1023/A:1025690300105.
17. Hook R.J. A ^{29}Si NMR study of the sol-gel polymerization rates of substituted ethoxysilanes // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1996. Vol. 195. P. 1–15.
18. Parale V.G., Mahadik D.B., Kavale M.S., Mahadik S.A. Sol-gel preparation of PTMS modified hydrophobic and transparent silica coatings // *Journal of Porous Materials*. 2012. Vol. 20 (4). P. 733–739. DOI: 10.1007/s10934-012-9648-0.
19. Sugahara Y., Okada S., Kuroda K., Kato C. ^{29}Si NMR study of hydrolysis and initial polycondensation processes of organoalkoxysilanes. I. Dimethyldiethoxysilane // *Journal of Non-Crystalline Solids*. 1992. Vol. 139. P. 25–34.

20. Butuzov A.V., Cherkasova A.A., Ivanov P.V. The study of dimethylcyclsiloxanes formation regularities in heterophase hydrolysis of a dimethyldialkoxysilane (abstract) // XVI International Scientific Conference «High-Tech in Chemical Engineering–2016» (Moscow, October 10–15, 2016). Moscow, 2016. P. 26.
21. Иванов П.В. Особенности поликонденсации органосилоанолов // Вестник МИТХТ. 2011. Т. 6. № 3. С. 3–22.
22. Aggarwal E.H., Bauer S.H. The structure of hexamethylcyclotrisiloxane as determined by the diffraction of electrons on the vapor // The Journal of Chemical Physics. 1950. Vol. 18. No. 1. P. 42–50. DOI: 10.1063/1/1747454.

References

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Kablov E.N. The Present and Future of Additive Technologies. *Metally Evrazii*, 2017, no. 1, pp. 2–6.
3. Kablov E.N. Additive Technologies – the Dominant Focus of the National Technological Initiative. *Intellekt i tekhnologii*, 2015, no. 2 (11), pp. 52–55.
4. 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: August 28, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-9-79-89.
5. 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: August 28, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-3-70-88.
6. Lacelle T., Sampson K.L., Sarvestani H.Y. et al. Additive manufacturing of polymer derived ceramics: Materials, methods, and applications. *APL Materials*, 2023, vol. 11, pp. 1–29. DOI: 10.1063/5.0151661.
7. 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.
8. Shestakov A.M. Ceramics based on organosilicon polymers-precursors: methods of preparation and properties (review). *Trudy VIAM*, 2020, no. 11 (93), pp. 76–92. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 28, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-11-76-92.
9. Parashchenko N.M., Tupikov A.S., Lyzhenkov Z.A., Golovko D.S. Review of Polymer-Derived Ceramics (PDC). Part 1. Preceramic polymers and production of PDC materials. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 134–151. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: September 23, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-134-151.
10. Tarasova E.M., Butuzov A.V., Cherkasova A.A., Ivanov P.V. Study of chemical assembly of macromolecules in polycondensation of difunctional dimethylsilanes. *Tonkie khimicheskie tekhnologii*, 2016, vol. 11, no. 1, pp. 59–66.
11. Zhang Z., Sakka S. Hydrolysis and polymerization of dimetildiethoxysilane, methyltrimethoxysilane and tetramethoxysilane in presence of aluminum acetylacetonate. A complex catalyst for the formation of siloxanes. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 1999, vol. 16, pp. 209–220.
12. Rakhimov V.I., Rakhimova O.V., Semov M.P. Kinetics of the initial stages of the sol-gel process. III. Evolution of silica associates. *Fizika i khimiya stekla*, 2009, vol. 35, no. 2, pp. 163–169.
13. Lebedeva Yu.E., Popovich N.V., Orlova L.A., Chaynikova A.S., Grachshencov D.V. Investigation of rheological properties at sol-gel synthesis of materials in Y_2O_3 – SiO_2 system. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2014, no. S6, pp. 67–72. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s6-67-72.
14. Zhai Q., Zhou C., Zhao S. et al. Kinetic study of alkoxysilane Hydrolysis under acidic conditions by fourier transform near infrared spectroscopy combined with partial least-squares model. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 2014, vol. 53, pp. 13598–13609. DOI: 10.1021/ie5012195.

15. Sugahara Y., Okada S., Kuroda K., Kato C. ^{29}Si NMR study of hydrolysis and initial polycondensation processes of organoalkoxysilanes. II. Methyltriethoxysilane. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1994, vol. 167, pp. 21–38. DOI: 10.1016/S0022-3093(05)80802-6.
16. Dong H., Lee M., Zhang Z., Reidy R.F., Mueller D.W. Methyltrimethoxysilane sol-gel polymerization in acidic ethanol solutions studied by ^{29}Si NMR spectroscopy. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 2003, vol. 28, pp. 5–14. DOI: 10.1023/A:1025690300105.
17. Hook R.J. A ^{29}Si NMR study of the sol-gel polymerization rates of substituted ethoxysilanes. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1996, vol. 195, pp. 1–15.
18. Parale V.G., Mahadik D.B., Kavale M.S., Mahadik S.A. Sol-gel preparation of PTMS modified hydrophobic and transparent silica coatings. *Journal of Porous Materials*, 2012, vol. 20 (4), pp. 733–739. DOI: 10.1007/s10934-012-9648-0.
19. Sugahara Y., Okada S., Kuroda K., Kato C. ^{29}Si NMR study of hydrolysis and initial polycondensation processes of organoalkoxysilanes. I. Dimethyldiethoxysilane. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 1992, vol. 139, pp. 25–34.
20. Butuzov A.V., Cherkasova A.A., Ivanov P.V. The study of dimethylcyclsiloxanes formation regularities in heterophase hydrolysis of a dimethyldialkoxysilane (abstract). *XVI International Scientific Conference «High-Tech in Chemical Engineering–2016» (Moscow, October 10–15, 2016)*. Moscow, 2016, p. 26.
21. Ivanov P.V. Features of polycondensation of organosilanols. *Vestnik MITKhT*, 2011, vol. 6, no. 3, pp. 3–22.
22. Aggarwal E.H., Bauer S.H. The structure of hexamethylcyclotrisiloxane as determined by the diffraction of electrons on the vapor. *The Journal of Chemical Physics*, 1950, vol. 18, no. 1, pp. 42–50. DOI: 10.1063/1/1747454.

Информация об авторах

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

Information about the authors

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

Статья поступила в редакцию 10.10.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 05.11.2025.
The article was submitted 10.10.2025; approved and accepted for publication after reviewing 05.11.2025.

Научная статья

УДК 678.747.2

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-86-95

ПРОЧНОСТЬ УГЛЕПЛАСТИКОВ ПОСЛЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ФАКТОРОВ

А.Ю. Исаев¹, П.М. Путилина¹, А.И. Старков¹

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

Аннотация. Произведена оценка воздействия эксплуатационных факторов на физико-механические характеристики углепластиков на основе клеевых препрегов разработки НИИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Показано, как изменяется прочность при растяжении, сжатии и статическом изгибе после действия повышенных температур у углепластиков с различными формами углеродных наполнителей. Рассмотрены свойства углеродных жгутовых наполнителей и их возможное влияние на изменение значений характеристик углепластиков после климатических экспозиций.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, углеродное волокно, углепластик, клеевой препрег, климатические испытания

Для цитирования: Исаев А.Ю., Путилина П.М., Старков А.И. Прочность углепластиков после воздействия эксплуатационных факторов // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 86–95. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-86-95.

Scientific article

STRENGTH OF CARBON FIBER REINFORCED PLASTICS AFTER EXPOSURE TO OPERATIONAL FACTORS

A.Yu. Isaev¹, P.M. Putilina¹, A.I. Starkov¹

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

Abstract. An assessment was made of the impact of operational factors on the physical and mechanical properties of carbon fiber reinforced plastics (CFRPs) based on adhesive prepregs developed by the Kurchatov Institute – VIAM. The changes in tensile strength, compressive strength and flexural strength after exposure to elevated temperatures were demonstrated for CFRPs with various forms of carbon fillers. The properties of carbon fiber reinforcements and their potential impact on changes in CFRP performance after climatic exposure were examined.

Keywords: polymer composite, carbon fiber, CFRP, adhesive prepreg, climatic tests

For citation: Isaev A.Yu., Putilina P.M., Starkov A.I. Strength of carbon fiber reinforced plastics after exposure to operational factors. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 86–95. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-86-95.

Введение

Применение полимерных композиционных материалов (ПКМ), в частности углепластиков, в современных летательных аппаратах увеличивается с каждым годом, и требования к таким материалам только возрастают. Основные преимущества, которыми

обладают углепластики, – низкая плотность и, как следствие, сниженная масса конструкции, высокая прочность и др. [1–9].

В области авиастроения особенно актуально изучение надежности узлов из ПКМ в условиях комплексного воздействия эксплуатационных факторов. Необходимо оценивать пригодность и долговечность материалов, применяемых при создании деталей, поломка которых может негативно отразиться на безопасности. Это требование содержится в авиационных нормах АП-25 п. 25.603(с) [10] и подразумевает учет воздействия окружающих условий во время эксплуатации изделий [11].

Особенно жесткие требования предъявляются к конструкционным углепластикам, которые обеспечивают живучесть воздушного судна. Помимо знакопеременных нагрузок, на протяжении всего жизненного цикла летательных аппаратов (25–30 лет) [12] в периоды полетов и стоянок они подвержены климатическим нагрузкам, таким как температура, относительная влажность воздуха, атмосферные осадки, солнечная радиация и циклическое изменение температуры окружающего воздуха, а также воздействию прочих условий окружающей среды, особенно в странах с тропическим и морским климатом [13]. При совокупном воздействии эти факторы инициируют процессы старения и способствуют химическим изменениям в полимерах, что в конечном итоге может привести к снижению прочности материалов за время работы изделий в течение 25–30 лет [14].

Климатические факторы, основные из которых – температура и влажность, оказывают значительное влияние на долговечность, механические и эксплуатационные характеристики ПКМ. Повышение температуры вызывает снижение прочности и жесткости, увеличение эластичности и деформации ползучести. Низкая температура, наоборот, повышает хрупкость и снижает ударопрочность. Контакт ПКМ с водой и влажностью приводит к набуханию матрицы, ухудшению адгезии между матрицей и армирующим волокном, увеличению массы материала и снижению прочностных характеристик. Осуществление климатических испытаний помогает оценить соответствие материалов требованиям производства изделий и обеспечить контроль за их характеристиками [9, 15, 16].

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан ряд углепластиков на основе тканых и высокопрочных углеродных жгутовых наполнителей как российского производства, так и производства стран Европы и КНР. Представляет интерес проведение оценки изменения свойств различных марок углепластиков разработки НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ после воздействия эксплуатационных факторов. В данной работе представлены результаты исследования физико-механических свойств семи марок ПКМ на основе однонаправленного углеродного волокна после воздействия повышенной температуры.

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

Материалы и методы

Свойства углепластиков зависят от свойств наполнителя и связующего, входящих в их состав.

Наполнитель для углепластиков может выпускаться в виде различных тканых или нетканых структур, одна из наиболее распространенных – углеродный жгут. Жгуты представляют собой пучки, состоящие из большого (1000 и более) количества элементарных непрерывных моноволокон. Другая популярная форма наполнителя – ленты, которые состоят из нитей основы – жгутов, уложенных рядом и связанных в поперечном направлении малопрочным утком. Для таких однонаправленных наполнителей

практически исключены перегибы волокон в продольном направлении, что является их преимуществом перед тканями. Распространены также однонаправленные ткани, в которых переплетенный уток используется только для технологической связи жгутов между собой [17]. Некоторые свойства жгутов, лент и тканей, используемых в данном исследовании, приведены далее.

Отличительная особенность марок лент ЭЛУР-П – низкая линейная плотность, которая позволяет получать углепластики с толщиной монослоя 0,08–0,13 мм. В углеродной ткани фирмы Porcher (арт. 14535) с поверхностной плотностью 135 г/м² углеродные нити основы, составляющие 97,5 % ткани, переплетены стеклянным утком. Углеродная ткань арт. Ст-11088 представляет собой аналог ткани фирмы Porcher (арт. 14535). Углеродные жгуты марок УВ49S-12K и УМТ49S-12K получены из полиакрилонитрильного прекурсора (ПАН-прекурсор) и имеют стандартный модуль упругости, а также повышенную прочность. Линейная плотность у жгута марки УВ49S-12K составляет 800 текс, у жгута марки УМТ49S-12K – 760 текс.

В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан ассортимент *эпоксидных клеевых связующих* расплавленного типа с регулируемыми характеристиками: вязкоупругими, прочностными, деформационными и температурными, под общей маркой ВСК-14, которые используются в качестве полимерных матриц при создании углепластиков [18–20]. Свойства связующих представлены в таблице.

Прочностные характеристики клеевых соединений, выполненных клеевыми связующими (склеиваемый материал – алюминиевый сплав Д16-АТ Ан.Окс.хром)

Связующее	Предел прочности при сдвиге, МПа (не менее), при температуре испытания, °С			Температура отверждения, °С
	20	80	150	
ВСК-14-1	19,6	19,6	–	125
ВСК-14-2м	19,6	–	19,6	175
ВСК-14-3	14,7	–	14,7	175

Клеевые связующие представляют собой однородную пластическую массу, их характерной особенностью является низкое содержание летучих продуктов – не более 2,0 % (по массе). Температура стеклования связующих составляет от 140 до 205 °С в зависимости от состава [21].

Клеевые связующие обладают рядом преимуществ перед другими связующими из-за их способности формировать пленку. Использование таких связующих дает возможность получать препреги стабильного качества, сочетающие как вязкоупругие характеристики традиционных связующих, так и адгезионные свойства, характерные для клеев. Это позволяет отказаться от применения пленочного клея при создании конструкций, в том числе сотовых.

Углепластики на основе клеевых препрегов обладают улучшенными характеристиками сопротивления усталости, долговечностью и сохранением высокой прочности после воздействия различных факторов окружающей среды. Процессы, связанные с использованием клеевых препрегов в промышленном производстве, характеризуются высокой степенью повторяемости и минимальным количеством контрольных действий [22].

Изучение ПКМ на основе клеевых препрегов началось в 1990-х гг. Первоначально был разработан углепластик на основе клеевого препрега марки КМКУ-1.80, пригодный для использования при температуре 80 °С. Применение различных клеевых связующих с отличающимся составом и характеристиками в сочетании с разнообразными наполнителями из углеродного волокна позволило расширить ассортимент ПКМ,

произведенных из клеевых препрегов [23, 24]. Разработаны следующие марки препрегов: КМКУ-2м.120 с рабочей температурой 120 °С, КМКУ-3м.150 с рабочей температурой 150 °С [11].

Для исследования использовали углепластики с однонаправленной углеродной лентой ЭЛУР-П-А в качестве наполнителя:

- КМКУ-1.80.Э0,1 на основе эпоксидного клеевого связующего ВСК-14-1 с рабочей температурой 80 °С;
- КМКУ-2м.120.Э0,1 на основе эпоксидного клеевого связующего ВСК-14-2м с рабочей температурой 120 °С;
- ВКУ-17КЭ0,1 на основе эпоксидного клеевого связующего ВСК-14-3 с рабочей температурой 150 °С (клеевой препрег КМКУ-3.150.Э0,1).

Использовали также другие углепластики на основе связующего ВСК-14-3 с жгутовыми наполнителями с количеством филаментов 12000 (номинал 12К):

- ВКУ-30К.Р14535 – клеевые препреги КМКУ-3м.150.Р14535 на основе однонаправленных углеродных тканей Porcher (арт. 14535) и арт. Ст-11088;
- ВКУ-30К.УВ49(С) – клеевой препрег КМКУ-3м.150.УВ49 на основе углеродного жгута УВ49S-12К;
- ВКУ-30К.УМТ49 – клеевой препрег КМКУ-3м.150.УМТ49 на основе углеродного жгута УМТ49S-12К.

Проведена экспозиция образцов углепластиков на термическое старение при максимальных рабочих температурах в течение 500 и 1000 ч.

Для исследования влияния воздействия повышенной температуры на физико-механические характеристики углепластиков проведены испытания при комнатной температуре (до и после климатических экспозиций), а также при максимальной рабочей температуре – определены пределы прочности при растяжении (ГОСТ 25.601–80), сжатии (ГОСТ 25.602–82) и статическом изгибе (ГОСТ 4648–71, ГОСТ 25.604–82).

Результаты и обсуждение

Исследование свойств углепластиков проводили на образцах, изготовленных из клеевых препрегов автоклавным методом формования с конечными температурами отверждения 125 и 175 °С.

На рис. 1 представлены диаграммы, показывающие уровень сохранения свойств для углепластиков на основе углеродной ленты ЭЛУР-П-А и клеевых связующих марок ВСК-14-1, ВСК-14-2м и ВСК-14-3 со схемами армирования $[0^\circ]$ и $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ при растяжении, сжатии и статическом изгибе, при максимальных рабочих температурах 80, 120 и 150 °С соответственно.

Видно, что уровень сохранения прочности углепластиков относительно исходных значений с использованием углеродной ленты ЭЛУР-П-А при растяжении со схемой армирования $[0^\circ]$ составляет $79,5 \pm 1,5$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $79,5 \pm 4,5$ %; при сжатии со схемой армирования $[0^\circ]$: $70,0 \pm 3,0$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $73,0 \pm 3,0$ %; при изгибе со схемой армирования $[0^\circ]$: $86,0 \pm 4,0$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $79,5 \pm 0,5$ %. Высокий уровень сохранения прочностных показателей при рабочей температуре, а также небольшой разброс значений свойств в интервале рабочих температур свидетельствуют о стабильности свойств материала, а изменение матрицы позволяет получать углепластики с прогнозируемым уровнем свойств при рабочих температурах 80, 120 и 150 °С.

На рис. 2 представлены диаграммы, показывающие уровень сохранения свойств для углепластиков на основе связующего ВСК-14-3 и наполнителей на основе тканей Porcher (арт. 14535), арт. Ст-11088 и жгутов УВ-12К и УМТ49S-12К со схемами армирования $[0^\circ]$ и $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ при испытаниях при максимальной рабочей температуре 150 °С.

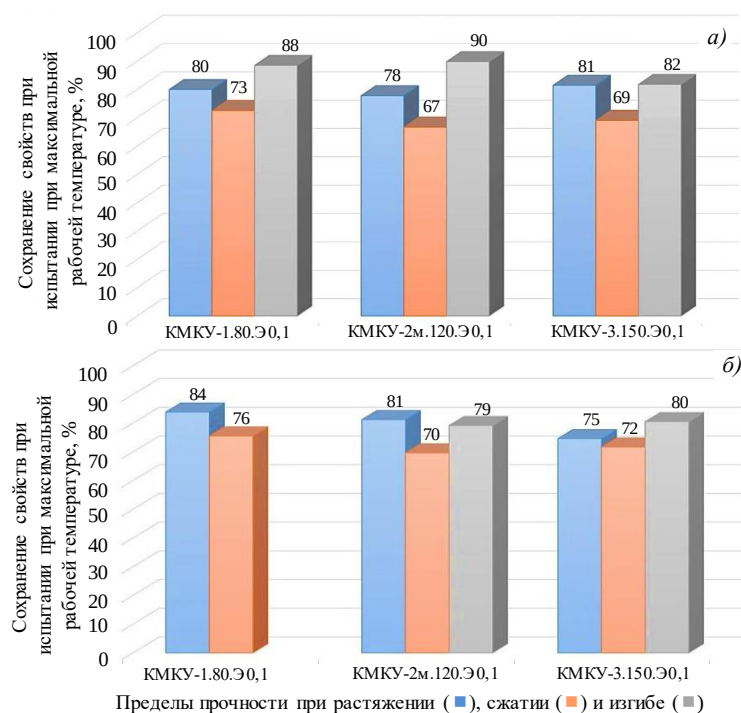


Рис. 1. Сохранение свойств для углепластиков на основе наполнителя ЭЛУР-П-А со схемой армирования $[0^\circ]$ (а) и $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ (б) при максимальных рабочих температурах (для углепластика КМКУ-1.80.Э0,1 нет данных по пределу прочности при изгибе для схемы армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$)

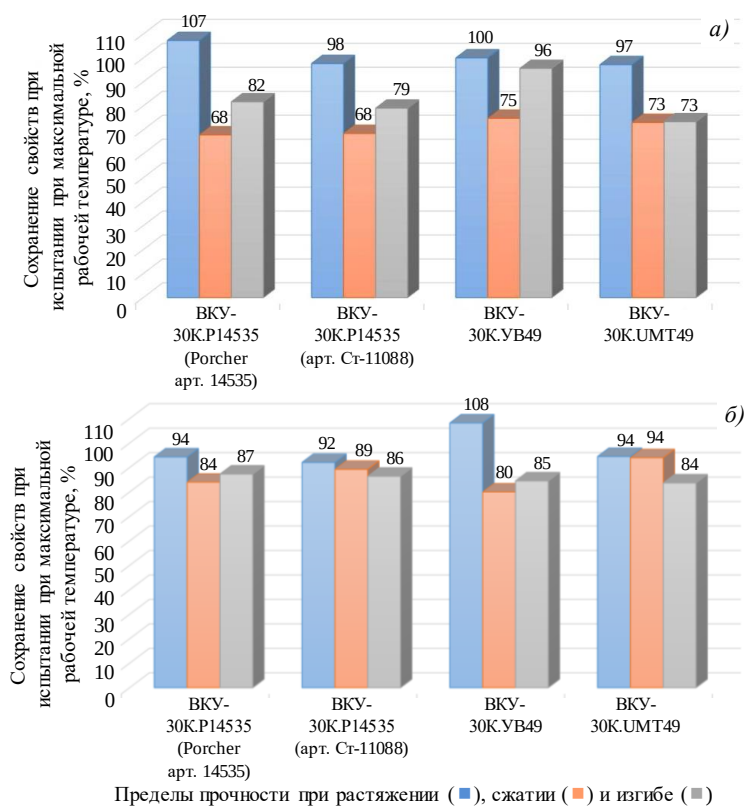


Рис. 2. Сохранение свойств для углепластиков общей марки ВКУ-30К на основе связующего ВСК-14-3 и наполнителей номиналом 12К со схемами армирования $[0^\circ]$ (а) и $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ (б) при максимальной рабочей температуре 150°C

Видно, что уровень сохранения прочности углепластиков относительно исходных значений общей марки ВКУ-30К на основе углеродных наполнителей из углеродного жгута номиналом 12К при растяжении со схемой армирования $[0^\circ]$ составляет $98,5 \pm 1,5$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $96,0 \pm 4,0$ %; при сжатии со схемой армирования $[0^\circ]$: $71,5 \pm 3,5$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $87,5 \pm 7,0$ %; при изгибе со схемой армирования $[0^\circ]$: $84,5 \pm 11,5$ %, со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$: $85,5 \pm 1,5$ %. Следует отметить снижение прочности при сжатии у углепластиков общей марки ВКУ-30К на основе тканых наполнителей (арт. 14535 и Ст-11088) со схемой армирования $[0^\circ]$, которое, вероятно, вызвано наличием уточной нити в составе наполнителя.

Для определения устойчивости углепластика марки ВКУ-30К на основе углеродных наполнителей из углеродного жгута номиналом 12К к воздействию внешних факторов проведен анализ изменения прочности образцов из углепластика с незащищенными торцами со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ при изгибе (по ГОСТ 25.604–82) и сжатии (по ГОСТ 25.602–80) после теплового старения при максимальной рабочей температуре. Экспозиция с незащищенными торцами позволяет в лабораторных условиях имитировать локальное разрушение ПКМ и определить уровень прочности образца из ПКМ при экспозиции в заданных условиях [11, 14]. Результаты испытаний прочностных характеристик материалов после воздействия перечисленных внешних факторов в сравнении с исходными средними значениями приведены на рис. 3. Представлен уровень сохранения свойств углепластиков на основе связующего ВСК-14-3 и наполнителей номиналом 12К после климатической экспозиции – термического старения при температуре 150°C в течение 500 и 1000 ч.

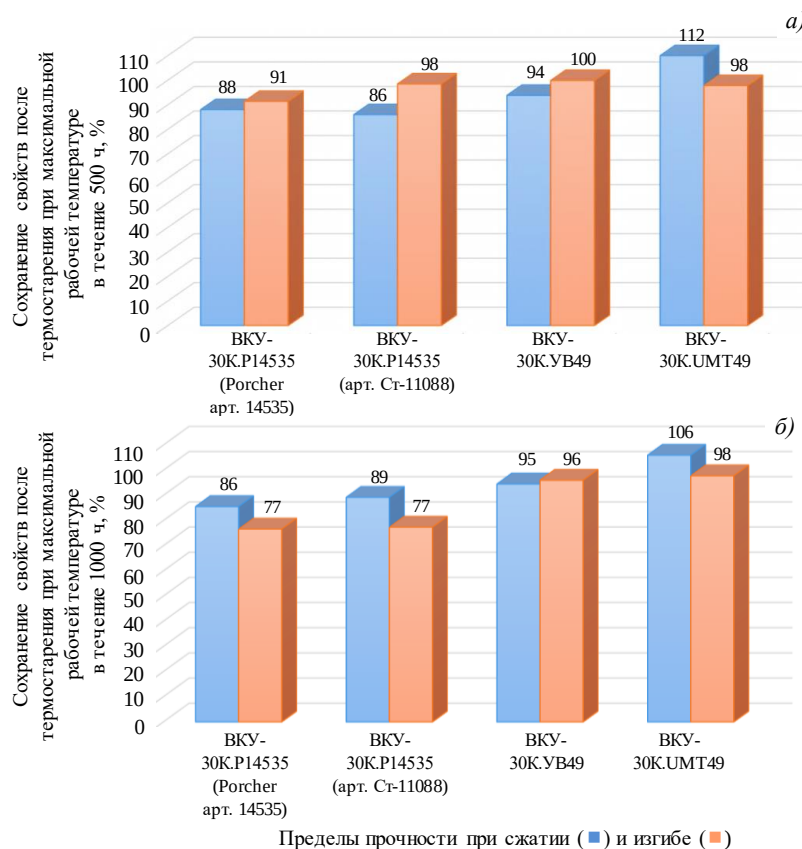


Рис. 3. Сохранение свойств для углепластиков общей марки ВКУ-30К на основе связующего ВСК-14-3 и наполнителей номиналом 12К после термического старения при температуре 150°C в течение 500 (а) и 1000 ч (б)

Видно, что уровень сохранения прочности углепластиков на основе углеродных наполнителей из углеродного жгута номиналом 12К общей марки ВКУ-30К относительно исходных значений при сжатии со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ после термического старения при температуре 150 °С в течение 500 ч составляет $93,0 \pm 7,0$ %, в течение 1000 ч: $93,0 \pm 7,0$ %; при изгибе со схемой армирования $[0^\circ/90^\circ/\pm 45^\circ]$ после термического старения при температуре 150 °С в течение 500 ч: $95,5 \pm 2,5$ %, в течение 1000 ч: $87,5 \pm 11,5$ %.

Наибольшее уменьшение значений прочности при изгибе – на 23 % у углепластиков с однонаправленными тканями Porcher (арт. 14535) и арт. Ст-11088 после экспозиции 1000 ч, которое, вероятно, вызвано наличием уточной нити в составе наполнителя. Свойства углепластиков с жгутовыми наполнителями после термического старения остаются почти неизменными.

Заключения

Проведен анализ свойств разработанных в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ углепластиков на основе клеевых препрегов с рабочими температурами 80, 120 и 150 °С.

Углепластики на основе углеродной ленты ЭЛУР-П-А и клеевых связующих марок ВСК-14-1, ВСК-14-2м и ВСК-14-3 отличаются высокими эксплуатационными характеристиками. Эти материалы сохраняют прочностные показатели при рабочих температурах, что свидетельствует о стабильности свойств в процессе теплового старения.

Одним из ключевых факторов, влияющих на поведение углепластиков, является тип связующего. Изменение матрицы связующего без замены углеродного наполнителя позволяет варьировать свойства материала – например, повышать термостойкость, сохраняя при этом механические характеристики. Это дает возможность создавать конструкции с предсказуемыми и стабильными свойствами под воздействием различных температур.

Таким образом, комплексный подбор связующего в углепластике на основе углеродной ленты ЭЛУР-П-А является эффективным инструментом для получения материалов с необходимыми техническими характеристиками и стабильными эксплуатационными свойствами.

Представленные данные показывают, что применение современных углеродных наполнителей номиналом 12К без изменения матрицы приводит к увеличению прочностных свойств материала во всем диапазоне рабочих температур. Следует особо подчеркнуть, что образцы, в которых применен углеродный наполнитель без уточной нити и с однонаправленной укладкой, показывают лучшее сохранение упруго-прочностных характеристик. При этом необходимо понимать, что в реальных изделиях углеродный наполнитель всегда укладывается анизотропно, что существенно влияет на конечные свойства. Несмотря на это, приведенная информация является важной и ее необходимо учитывать разработчикам при создании новых образцов изделий или модернизации имеющихся.

Кроме того, низкая вариативность свойств подтверждает однородность и качество производства. Такой подход обеспечивает долговечность изделий и позволяет широко применять данные материалы в авиации, машиностроении и других сферах, где важна высокая прочность и устойчивость к механическим воздействиям при высоких температурах.

Список источников

1. Славин А.В., Донецкий К.И., Хрульков А.В. Перспективы применения полимерных композиционных материалов в авиационных конструкциях в 2025–2035 гг. (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 11 (117). С. 81–92. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 25.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-81-92.

2. Малаховский С.С., Панафидникова А.Н., Костромина Н.В., Осипчик В.С. Углепластики в современном мире: их свойства и применения // Успехи в химии и химической технологии. 2019. Т. XXXIII. № 6. С. 62–64.
3. Коган Д.И., Чурсова Л.В., Панина Н.Н. и др. Перспективные полимерные материалы для конструкционных композиционных изделий с энергоэффективным режимом формования // Пластические массы. 2020. № 3–4. С. 52–54.
4. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // Металлы Евразии. 2015. № 1. С. 36–39.
5. 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: 04.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
6. Начаркина А.В., Валуева М.И., Зеленина И.В., Шошева А.Л. Высокотемпературные углепластики на основе бисмалеинимидных связующих // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 4 (77). С. 43–61. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 04.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-43-61.
7. Вольнов О.И., Дудукин Д.О. Стеклопластик. История развития, технология производства, формообразование деталей и современное применение // Труды НГТУ им. Р.Е. Алексеева. 2014. № 5 (107). С. 400–404.
8. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Абрамов П.А. Пути повышения качества деталей из ПКМ при вакуумном формовании // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2012. Т. 14. № 4 (3). С. 831–838.
9. Старцев В.О. Климатическая стойкость полимерных композиционных материалов и защитных покрытий в умеренно-теплом климате: дис. ... д-ра техн. наук. М., 2018. 297 с.
10. Нормы летной годности самолетов транспортной категории: АП-25: утв. Постановлением 28-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства 11.12.2008. 3-е изд. с поправками 1–6. М.: Авиаиздат, 2009. 267 с.
11. Старков А.И. Полимерные композиционные материалы пониженной горючести на основе клеевых препрегов: дис. ... канд. техн. наук. М., 2025. 135 с.
12. 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 наполнителем 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.
13. Галиновский А.Л., Кравченко И.Н., Величко С.А. и др. Влияние климатических факторов на свойства и характеристики углепластиков // Новые огнеупоры. 2022. № 4. С. 40–46.
14. Ефимов В.А., Шведкова А.К., Коренькова Т.Г., Кириллов В.Н. Исследование полимерных конструкционных материалов при воздействии климатических факторов и нагрузок в лабораторных и натурных условиях // Труды ВИАМ. 2013. № 1. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.08.2025).
15. Иванов М.С., Морозова В.С., Павлюкович Н.Г. Влияние эксплуатационных факторов на свойства углепластика на основе полиэфирэфиркетона // Авиационные материалы и технологии. 2024. № 2 (75). С. 99–108. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 28.07.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-99-108.
16. Старцев В.О., Валедин Е.О., Гуляев А.И. Влияние старения поверхности полимерных композиционных материалов на их механические свойства // Труды ВИАМ. 2020. № 8 (90). С. 64–76. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-64-76.
17. Мийченко И.П. Наполнители для полимерных материалов: учеб. пособие. М.: МАТИ, 2010. 196 с.
18. Тростянская Е.Б., Михайлин Ю.А., Кулик С.Г., Степанова М.А. Связующие на основе эпоксидных смол: учеб. пособие. М.: МАТИ, 1990. 65 с.
19. Панина Н.Н., Ким М.А., Гуревич Я.М. и др. Связующие для безавтоклавного формования изделий из полимерных композиционных материалов // Клеи. Герметики. Технологии. 2013. № 10. С. 18–27.

20. Мухаметов Р.Р., Петрова А.П. Термореактивные связующие для полимерных композиционных материалов: учеб. пособие / под ред. Е.Н. Каблова. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2021. С. 363.
21. Петрова А.П., Малышева Г.В. Клеи, клеевые связующие и клеевые препреги: учеб. пособие / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2017. 472 с.
22. Куцевич К.Е. Клеевые препреги и углекомпозиаты на их основе: дис. ... канд. техн. наук. М., 2014. 101 с.
23. Авиационные материалы: справочник в 13 т. / под ред. Е.Н. Каблова. 7-е изд., перераб. и доп. М.: ВИАМ, 2019. Т. 10: Клеи, герметики, резины, гидрожидкости, ч. 1: Клеи, клеевые препреги. 276 с.
24. Дементьева Л.А., Лукина Н.Ф., Сереженков А.А., Куцевич К.Е. Основные свойства и назначение ПКМ на основе клеевых препрегов // Тез. докл. XIX Междунар. науч.-технич. конф. «Конструкции и технология получения изделий из неметаллических материалов». Обнинск, 2010. С. 11–12.

References

1. Slavin A.V., Donetskiy K.I., Khrulkov A.V. Prospects for the use of polymer composite materials in aircraft structures in 2025–2035 (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), pp. 81–92. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 25, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-81-92.
2. Malakhovsky S.S., Panafidnikova A.N., Kostromina N.V., Osipchik V.S. Carbon fiber reinforced plastics in the modern world: their properties and applications. *Uspekhi v khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2019, vol. XXXIII, no. 6, pp. 62–64.
3. Kogan D.I., Chursova L.V., Panina N.N. et al. Promising polymeric materials for structural composite products with an energy-efficient molding mode. *Plasticheskiye massy*, 2020, no. 3–4, pp. 52–54.
4. Kablov E.N. Composites: Today and Tomorrow. *Metally Evrazii*, 2015, no. 1, pp. 36–39.
5. 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 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
6. Nacharkina A.V., Valueva M.I., Zelenina I.V., Shosheva A.L. High-temperature carbon fiber reinforced plastics based on bismaleinimide binders. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 4 (77), pp. 43–61. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 04, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-4-43-61.
7. Volnov O.I., Dudukin D.O. Fiberglass. History of Development, Production Technology, Forming of Parts and Modern Application. *Trudy NGTU im. R.E. Alekseyeva*, 2014, no. 5 (107), pp. 400–404.
8. Veshkin E.A., Postnov V.I., Abramov P.A. Ways to Improve the Quality of Polymeric Composite Parts during Vacuum Forming. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiyskoy akademii nauk*, 2012, vol. 14, no. 4 (3), pp. 831–838.
9. Startsev V.O. *Climatic Resistance of Polymer Composite Materials and Protective Coatings in a Moderately Warm Climate*: thesis, Dr Sc. (Tech.). Moscow, 2018, 297 p.
10. *Airworthiness Standards for Transport Category Aircraft*: AP-25: approved by the Resolution of the 28th Session of the Aviation and Airspace Use Council on 11.12.2008. 3rd ed. with amendments 1–6. Moscow: Aviaizdat, 2009, 267 p.
11. Starkov A.I. *Low-flammability Polymer Composite Materials Based on Adhesive Prepregs*: thesis, Cand. of Sc. (Tech.). Moscow, 2025, 135 p.
12. 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 tekhnologii*, 2020, no. 2 (59), pp. 81–88. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-81-88.

13. Galinovsky A.L., Kravchenko I.N., Velichko S.A. et al. Influence of climatic factors on the properties and characteristics of carbon fiber reinforced plastics. *Novye ogneupory*, 2022, no. 4, pp. 40–46.
14. Efimov V.A., Shvedkova A.K., Korenkova T.G., Kirillov V.N. Research of polymeric constructional materials at influence of climatic factors and loadings in laboratory and natural conditions. *Trudy VIAM*, 2013, no. 1, paper no. 05. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 04, 2025).
15. Ivanov M.S., Morozova V.S., Pavlukovich N.G. The influence of operational factors on the properties of carbon fiber based on polyetheretherketone. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 2 (75), pp. 99–108. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 28, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-99-108.
16. Startsev V.O., Valevin E.O., Gulyaev A.I. The influence of polymer composite materials' surface weathering on its mechanical properties. *Trudy VIAM*, 2020, no. 8 (90), pp. 64–76. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 11, 2024). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-64-76.
17. Miychenko I.P. *Fillers for polymeric materials*: tutorial. Moscow: MATI, 2010, 196 p.
18. Trostyanskaya E.B., Mikhailin Yu.A., Kulik S.G., Stepanova M.A. *Binders based on epoxy resins*: tutorial. Moscow: MATI, 1990, 65 p.
19. Panina N.N., Kim M.A., Gurevich Ya.M. et al. Binders for out-of-autoclave molding of products from polymer composite materials. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2013, no. 10, pp. 18–27.
20. Mukhametov R.R., Petrova A.P. *Thermosetting Binders for Polymer Composite Materials*: textbook. Ed. E.N. Kablov. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2021, p. 363.
21. Petrova A.P., Malysheva G.V. *Adhesives, Adhesive Binders, and Adhesive Prepregs*: textbook. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2017, 472 p.
22. Kutsevich K.E. *Adhesive Prepregs and Carbon Composites Based on Them*: thesis, Cand. Sc. (Tech.). Moscow, 2014, 101 p.
23. *Aviation Materials: Handbook in 13 vols.* Ed. by E.N. Kablov. 7th ed., rev. and add. Moscow: VIAM, 2019, vol. 10: Adhesives, Sealants, Rubbers, Hydraulic Fluids, part 1: Adhesives, Adhesive Prepregs, 276 p.
24. Dementeva L.A., Lukina N.F., Serezhenkov A.A., Kutsevich K.E. Basic Properties and Purpose of Polymeric Composites Based on Adhesive Prepregs. *Abstract of the XIX Int. Sci. and Tech. Conf. «Designs and Technology of Manufacturing Products from Non-Metallic Materials»*. Obninsk, 2010, pp. 11–12.

Информация об авторах

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

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

Старков Алексей Игоревич, начальник сектора, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

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

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

Aleksey I. Starkov, Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 19.11.2025; получена после доработки 12.02.2026;
одобрена и принята к публикации после рецензирования 12.03.2026
The article was submitted 19.11.2025; received in revised form 12.02.2026;
approved and accepted for publication after reviewing 12.03.2026.

Научная статья

УДК 678.747.2

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-96-107

ПЕРСПЕКТИВНОЕ ЭПОКСИДНОЕ СВЯЗУЮЩЕЕ МАРКИ ВСЭ-81 ДЛЯ ВХОДНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА УГЛЕРОДНОГО ВОЛОКНА

Я.А. Вахрушева¹, А.И. Ткачук¹, Е.А. Афанасьева¹, Е.В. Куршев¹, С.Л. Лонский¹

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

Аннотация. Рассмотрены технологические и эксплуатационные характеристики связующего ВСЭ-81, разработанного в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Приведены результаты гелеобразования и реологических испытаний. Получены механические показатели при растяжении образцов связующего ВСЭ-81, отвержденных по выбранному режиму, а методом дифференциальной сканирующей калориметрии определена степень их конверсии. Проведено сравнение механических характеристик микропластиков, полученных на основе углеродного волокна UMT49S-12K-EP со связующим ВСЭ-81 и его импортным аналогом. Представлены результаты микроструктурных исследований, интерпретируемых с помощью модели микрокомпозитного строения термореактивных полимеров.

Ключевые слова: эпоксидные связующие, полимерные композиционные материалы, микропластики, испытание углеродных волокон

Для цитирования: Вахрушева Я.А., Ткачук А.И., Афанасьева Е.А., Куршев Е.В., Лонский С.Л. Перспективное эпоксидное связующее марки ВСЭ-81 для входного контроля качества углеродного волокна // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 96–107. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-96-107.

Scientific article

PERSPECTIVE EPOXY RESIN SYSTEM VSE-81 FOR INCOMING QUALITY INSPECTION OF CARBON FIBER

Ya.A. Vakhrusheva¹, A.I. Tkachuk¹, E.A. Afanaseva¹, E.V. Kurshev¹, S.L. Lonskii¹

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

Abstract. In the study the technological and operational characteristics of the epoxy resin system VSE-81, developed at the NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, are considered. The results of gelation and rheological tests are presented. Mechanical properties are obtained by stretching VSE-81 samples cured according to the selected mode, and the conversion rate is determined by the DSC method. We compared the mechanical characteristics of microplastics based on UMT49S-12K-EP carbon fiber with VSE-81 binder and its imported analogue. The results of microstructural research interpreted using a model of the microcomposite structure of thermosetting polymers are presented.

Keywords: epoxy resin system, polymeric composite materials, microplastics, testing of carbon fibers

For citation: Vakhrusheva Ya.A., Tkachuk A.I., Afanaseva E.A., Kurshev E.V., Lonskii S.L. Perspective epoxy resin system VSE-81 for incoming quality inspection of carbon fiber. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 96–107. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-96-107.

Введение

Мировой рынок демонстрирует значительный рост спроса на углеродное волокно в авиационной, аэрокосмической и энергетических отраслях, в сфере автомобилестроения и производства спортивного инвентаря благодаря его уникальным свойствам: высокому соотношению прочности и массы, устойчивости к коррозии и долговечности. В авиационной отрасли малая плотность изделия обеспечивает повышенную топливную экономичность, что приводит к снижению эксплуатационных расходов и выбросов парниковых газов. В аэрокосмической отрасли углеродное волокно используется в конструктивных элементах для уменьшения массы и увеличения прочности и топливной эффективности [1–4]. Высокая прочность при разрыве, долговечность и усталостная стойкость углеродных волокон делают их идеальными материалами для критически важных компонентов систем возобновляемой энергетики. Основные факторы роста рынка – растущий спрос на высокопроизводительные и легкие композиционные материалы, а также повышенные требования к эксплуатационным характеристикам в конечных продуктах [3–6].

Так, объем мирового рынка углеродного волокна в 2023 г. составил 2,65 млрд долларов США. По прогнозам он вырастет до 6,54 млрд долларов США к 2032 г., а среднегодовой темп роста составит 11,1 % в течение прогнозируемого периода благодаря растущему спросу в автомобильном и аэрокосмическом секторах, а также крупным инвестициям в научно-исследовательские разработки в области компонентов на основе углерода и в производство углеродного волокна для самолетов. В 2023 г. на рынке углеродного волокна доминировал Азиатско-Тихоокеанский регион с долей рынка 36,6 %, что обусловлено быстрым ростом промышленности, увеличением объемов производства автомобилей и инвестициями в инфраструктуру Китая, Индии и Юго-Восточной Азии.

В России до конца 2030 г. ожидается рост производства готовых изделий на основе углеродного волокна до 43,1 млрд руб. К отечественным предприятиям, специализирующимся на производстве углеродного волокна, относятся компании ООО «Аргон» (Саратовская обл., г. Балаково) и ООО «ЗУКМ» (Челябинская обл., г. Челябинск), которые разрабатывают композиционные материалы для Госкорпорации «Росатом» [7].

Следует отметить значительный рост производства углеродных волокон благодаря компании ООО «Алабуга-Волокно», которая входит в состав дивизиона «Перспективные материалы и технологии» Госкорпорации «Росатом» в особой экономической зоне «Алабуга» (Республика Татарстан). Компания производит стандартное и высокомодульное углеродное волокно на основе отечественного полиакрилонитрильного волокна (ПАН) с 2015 г. [7].

Производство углеродного волокна – это сложный и высокотехнологичный процесс, требующий пристального внимания к деталям для обеспечения требуемого качества продукции. В зависимости от типа исходного сырья и технологии его переработки полученные свойства углеродных волокон могут значительно отличаться, поэтому необходимо проводить строгий входной и выходной контроль качества углеродного жгута. Таким образом, до изготовления ответственных деталей необходимо выявлять потенциальные дефекты и отклонения, которые могут повлиять на монолитность и механическую прочность изделий из полимерных композитов [8, 9].

При производстве углеродного волокна используются различные методы контроля – от визуального осмотра до более автоматизированных технологий (ультразвуковой и рентгеновский контроль). При визуальном осмотре поверхность углеродного волокна тщательно изучается на предмет наличия дефектов, таких как пустоты, расслоения или поверхностные дефекты. Данные методы позволяют проводить экспресс-исследования качества получаемого материала в процессе его изготовления на линии.

Помимо этих методов проверки, на протяжении всего процесса производства углеродного волокна применяются и другие меры контроля качества для обеспечения стабильности и точности. К ним относятся контроль температуры и уровня влажности в производственном помещении, а также соблюдение строгих стандартов контроля качества сырья, используемого в процессе производства [3, 10–14].

Одним из основных методов испытания углеродного волокна, позволяющим определить работоспособность изготовленного материала, является исследование его прочностных характеристик [15, 16].

Прочность углеродных волокон проверяют в исследовательских лабораториях при проведении испытаний на растяжение, при которых измеряют напряжение, необходимое для разрушения материала, и вычисляют предел прочности и модуль упругости (согласно зарубежным или отечественным стандартам ASTM D 3039, ISO 10618:2004 или ГОСТ Р ИСО 10618–2012) [17]. Эти испытания позволяют определить, насколько волокнистый материал способен выдерживать нагрузки до разрушения и насколько он деформируется при приложении силы.

Существуют разные методики изготовления и испытания образцов углепластиков на механическую прочность. Однако при изготовлении укрупненных плит наблюдаются заниженные показатели прочностных характеристик по отношению к значениям прочности на моножгутах, а также происходит усреднение имеющихся характеристик в объеме изготовленного образца. Таким образом, характеристики, полученные на образцах, которые были вырезаны из углепластика, позволяют получить комплексный набор данных и спрогнозировать поведение материала в изделии, но не свойства самого моноволокна [18].

В случае использования метода мокрой намотки из моножгута для изготовления микропластика благодаря формированию равномерно пропитанных и отвержденных нитей углеродного волокна низковязкими связующими удастся реализовать его максимальные рабочие характеристики. Кроме того, появляется возможность проверки качества углеродного волокна на любом участке, что позволит корректировать технологический процесс его изготовления при термической обработке ПАН-волокна.

Несмотря на широкую распространенность метода намотки для изготовления изделий из полимерных композитов, намотка микропластика для испытания на определение прочности, модуля упругости и предельного удлинения при растяжении углеродных нитей не является стандартной или строго документированной процедурой. Данный факт объясняется следующими причинами:

- необходимостью использования узкоспециализированного оборудования для получения микропластиков, которое будет обеспечивать соблюдение ряда параметров, таких как температура пропитки, угол наклона и натяжение волокон, скорость намотки волокна, размер диаметра отверстия в фильтре и др.;

- выбором связующего, которое должно обладать низкой исходной вязкостью, длительной технологической жизнеспособностью, удобным режимом отверждения, высокой адгезией к углеродному волокну, обеспечивать максимальную реализацию упругопрочностных свойств волокна и обладать показателем удлинения, превышающим удлинение волокна в 2 раза [18].

В настоящее время для изготовления микропластиков производители углеродных волокон используют различные виды полимерных связующих, в число которых до недавнего времени входило эпоксидное связующее Araldite LY 556/Aradur 917/Accelerator DY 070 производства компании Huntsman (США). В НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработано отвечающее всем современным требованиям

эпоксидное связующее марки ВСЭ-81 (ТУ 20.14.63-211-07545412–2024) с высоким показателем удлинения при разрыве не менее 5 % (среднее значение) и температурой отверждения ≤ 75 °С.

Разработанное эпоксидное связующее соответствует требованиям ГОСТ Р ИСО 10618–2012: вязкость связующего при пропитке < 1 Па·с, а деформация отвержденного связующего при разрыве в 2 раза больше, чем у углеродной нити [19].

Созданное эпоксидное связующее позволит решить проблему выбора полимерной матрицы при изготовлении микропластиков для проведения испытаний на определение прочности и модуля упругости при растяжении, а также удлинения при разрыве углеродных волокон. В свою очередь это позволит унифицировать связующее для всех производителей углеродных волокон, снизить зависимость от иностранных поставщиков и получать корректные сравнительные данные механических испытаний у производителей.

В данной работе приводятся сравнительные технологические и эксплуатационные характеристики связующих ВСЭ-81 и производства компании Huntsman (США), показаны микроструктурные и фрактографические особенности разрушения образцов микропластиков на основе этих связующих.

Для оценки микроструктуры эпоксидных микропластиков, а также для изучения особенностей их разрушения при силовом воздействии на растяжение проведены исследования с применением сканирующей электронной микроскопии [20–24]. Показаны микроструктурные и фрактографические особенности разрушения образцов микропластиков на основе связующих ВСЭ-81 и импортного аналога.

Материалы и методы

В данной работе использовано эпоксидное связующее марки ВСЭ-81 (ТУ 20.14.63-211-07545412–2024) производства НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ. Связующее отверждали до формообразования, а затем выдерживали при температуре 75 °С до достижения нужных качественных характеристик.

Реологические испытания образцов связующего ВСЭ-81 проводили с использованием ротационного вискозиметра при различных температурах в соответствии с ГОСТ 25271–93 [25].

Продолжительность гелеобразования определяли на гель-таймере при различных температурах с навеской связующего массой 12 г.

Тепловой эффект реакции и температуру стеклования определяли методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на дифференциальном сканирующем калориметре с интервалом рабочих температур от -100 до $+400$ °С и диапазоном скоростей нагрева от 1 до 20 °С/мин в атмосфере продувочного газа аргона (100 мл/мин). Испытания проводили в соответствии с ГОСТ Р 55134–2012 [26].

Прочность при растяжении отвержденных образцов связующего ВСЭ-81 определяли на испытательной машине по ГОСТ 11262–2017 при температуре 20 °С. Испытание проводили при скорости травессы 5 мм/мин [18].

Для изготовления образцов микропластика использовали лабораторный стенд, состоящий из бобинодержателя, подогреваемой пропиточной ванны с регулируемой температурой, фильеры с фиксированным размером выходного отверстия для отжима излишков связующего с поверхности волокна, приемной металлической рамки для намотки пропитанного связующим углеродного волокна. При этом для изготовления образцов соблюдался один режим скорости намотки углеродного волокна на приемочную раму 1 м/мин.

После окончания пропитки рамку с пропитанным углеродным жгутом помещали в сушильный шкаф и отверждали с конечной температурой отверждения 75 °С в течение 6 ч.

По окончании пропитки образцы микропластика визуально осматривали и проводили отбраковку образцов (по ГОСТ Р ИСО 10618–2012) по внешним признакам при наличии следующих дефектов: порванных нитей, капель смолы, несоосности волокон относительно продольной оси и непропитанных участков на углеродном волокне [17].

Отобранные образцы микропластиков заливали в полимерные накладки для снижения контактных нагрузок в процессе механических испытаний.

При изготовлении микропластиков использовали углеродное волокно UMT49S-12K-EP и эпоксидные связующие производства компании Huntsman (США) и ВСЭ-81 (НИИ «Курчатовский институт» – ВИАМ). Полученные микропластики на различных связующих подвергали силовому растяжению по ГОСТ Р ИСО 10618–2012 [17].

Структуру образцов микропластиков до и после механического воздействия исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа по специальной методике, позволяющей получать данные структуры материала в высоком разрешении. Для выявления тонкой структуры исследуемых образцов применяли ионно-плазменное травление по выбранному режиму в вакуумной установке.

Проводили напыление на поверхность образцов микропластиков тонкого слоя электропроводящего покрытия, которое позволяет уменьшить влияние эффектов электрической зарядки при воздействии пучка электронов в микроскопе. Для проведения микроструктурных исследований применяли сканирующий электронный микроскоп высокого разрешения. Исследования проводили при вторичных электронах и увеличении до $\times 40000$.

Результаты и обсуждение

Одно из основных требований для связующих, перерабатываемых методами намотки, – низкий показатель исходной вязкости (до 1 Па·с) и длительное время сохранения вязкости (не менее 3 ч) при температуре пропитки. Это необходимо, чтобы армирующий волокнистый наполнитель (особенно в случае изготовления крупногабаритного изделия) можно было полностью пропитать до того, как связующее станет слишком вязким для соблюдения равномерного пропитывания углеродного жгута.

В табл. 1 представлены зависимости реологических характеристик связующего от температуры и времени.

Таблица 1

Значения вязкости и времени гелеобразования связующего марки ВСЭ-81

Температура, °С	Время сохранения вязкости, мин	Вязкость, Па·с	Время гелеобразования, мин
25	0	0,18	507
	90	0,42	
	180	0,80	
45	0	0,05	259
75	0	0,02	40
95	0	0,01	27

Видно, что связующее ВСЭ-81 имеет низкое значение исходной вязкости (не более 0,2 Па·с) при комнатной температуре и медленную скорость нарастания вязкости, что обеспечивает длительную технологическую жизнеспособность эпоксидной композиции при комнатной температуре (>3 ч).

При повышении температуры до 45 °С показатель вязкости снижается с 0,2 до 0,05 Па·с, дальнейшее увеличение температуры не дает значительного снижения вязкостных характеристик, однако при температуре 95 °С наблюдается резкое увеличение реакционной способности и гелеобразование сокращается до 27 мин.

Таким образом, разработанное связующее ВСЭ-81 позволяет пропитывать углеродное волокно методом намотки без привлечения дополнительного термостатируемого оборудования, а процесс отверждения можно провести при температуре 75 °С, что соответствует требованию ГОСТ Р ИСО 10618–2012, согласно которому при пропитке вязкость связующего не должна превышать 1 Па·с [17].

Для подтверждения полученного оптимального режима отверждения методом ДСК проведено исследование влияния температурного режима на степень конверсии связующего ВСЭ-81 (табл. 2).

Таблица 2

Свойства отвержденных и неотвержденных образцов, полученные методом ДСК

Состояние связующего ВСЭ-81	Наименование ДСК-характеристики			
	Температура стеклования, °С	Температура пика реакции отверждения (доотверждения), °С	Нормированный тепловой эффект реакции отверждения (доотверждения), Дж/г	Степень отверждения, %
До отверждения	–	113	490,23	–
После отверждения при 75 °С	70	176	10	98

Исследования методом ДСК показали, что связующее ВСЭ-81 полностью отверждается по режиму с температурой конечной ступени 75 °С, остаточный тепловой эффект не превышает 10 Дж/г, что обеспечивает получение степени отверждения не менее 98 %.

Для определения механических показателей при растяжении изготовлены отливки отвержденных образцов связующего ВСЭ-81 (табл. 3).

Таблица 3

Результаты испытаний при растяжении отвержденных образцов эпоксидного связующего ВСЭ-81

Образцы	Модуль упругости, МПа	Прочность при растяжении, МПа	Относительное удлинение при разрыве, %
Связующее ВСЭ-81	3,6	79,2	5,7

Видно, что отвержденные образцы эпоксидного связующего ВСЭ-81 имеют показатель удлинения при растяжении >5 %, что в 2 раза больше, чем у углеродного волокна UMT49S-12K – не менее 1,8 %. Таким образом, разработанное связующее по формальным признакам полностью удовлетворяет требования ГОСТ 11262–2017 и может использоваться для проверки серийно выпускаемого углеродного волокна [18].

Для проверки возможности использования связующего ВСЭ-81 изготовлены образцы микропластиков на основе углеродного волокна марки UMT49S-12K-EP, а также импортного эпоксидного связующего (табл. 4).

Механические характеристики образцов микропластиков на основе углеродного волокна UMT49S-12K-EP со связующим ВСЭ-81 и эпоксидной системой производства компании Huntsman

Образец углеродного волокна UMT49S-12K-EP и связующего	Модуль упругости, ГПа	Прочность при растяжении, ГПа	Относительное удлинение при разрыве, %
Марки ВСЭ-81	257	5,15	2,0
Эпоксидной системы компании Huntsman	256	5,15	2,0
Технические характеристики углеродного волокна*	260	4,90	1,8

* Данные взяты с сайта gosatom-composites.ru.

На основании полученных данных видно, что разработанное связующее ВСЭ-81 не уступает по свойствам эпоксидной системе компании Huntsman на углеродных волокнах и позволяет провести испытания углеродного волокна на прочность и модуль упругости при растяжении, а также предельное удлинение.

Методом сканирующей электронной микроскопии проведены микроструктурные исследования внешних поверхностей (без испытания) и поверхностей разрушения после испытания на растяжение изготовленных микропластиков.

Представленные в данной статье результаты микроструктурных исследований можно интерпретировать с помощью модели микрокомпозитного строения термореактивных полимеров [19, 22, 24, 27].

На рис. 1 приведена микроструктура внешних поверхностей микропластиков на основе связующих производства компании Huntsman и ВСЭ-81. Показана микрофазовая структура матрицы на границе раздела с углеродными волокнами, которая имеет типичное строение для полимерных матриц [19]. Видно, что импортное связующее и связующее ВСЭ-81 имеют однородную, однофазную структуру без микродефектов, что, в свою очередь, свидетельствует о предсказуемых изотропных свойствах. Отсутствие концентраторов напряжений в виде неоднородностей и микродефектов не будет влиять на результаты испытаний микропластиков при силовом нагружении.

В обоих случаях наблюдается четкая граница раздела между углеродным волокном и полимерной матрицей. Непосредственно на границе «волокно–матрица» зафиксирована перпендикулярная ориентация агрегатов микродисперсных частиц матрицы вдоль оси волокна, вызванная химической природой связующего и наполнителя [28]. Выявлено наличие тонкой пленки матрицы на поверхностях углеродных волокон. Полученные микроструктуры внешней поверхности микропластиков на основе связующих производства компании Huntsman и ВСЭ-81 свидетельствуют о высокой смачиваемости углеродных волокон исследуемыми связующими.

При фрактографическом анализе микропластиков, испытанных на растяжение, выявлено, что разрушение композитов происходит с фрагментацией полимерной матрицы между углеродными волокнами с образованием торсионов (рис. 2). Под торсионом понимается локальная область вращения, возникающая в нагруженном полимере или матрице композита при больших градиентах деформации [28].

В микропластике на основе импортного полимерного связующего в матрице между волокнами образуются торсионы первого порядка (рис. 2, а–в).

В микропластике на основе связующего ВСЭ-81 (рис. 2, г–е) фрагментация полимерной матрицы между волокнами происходит с образованием множественных торсионов первого и второго порядка, что указывает на высокую адгезию матрицы на границе с углеродным волокном [28–32].

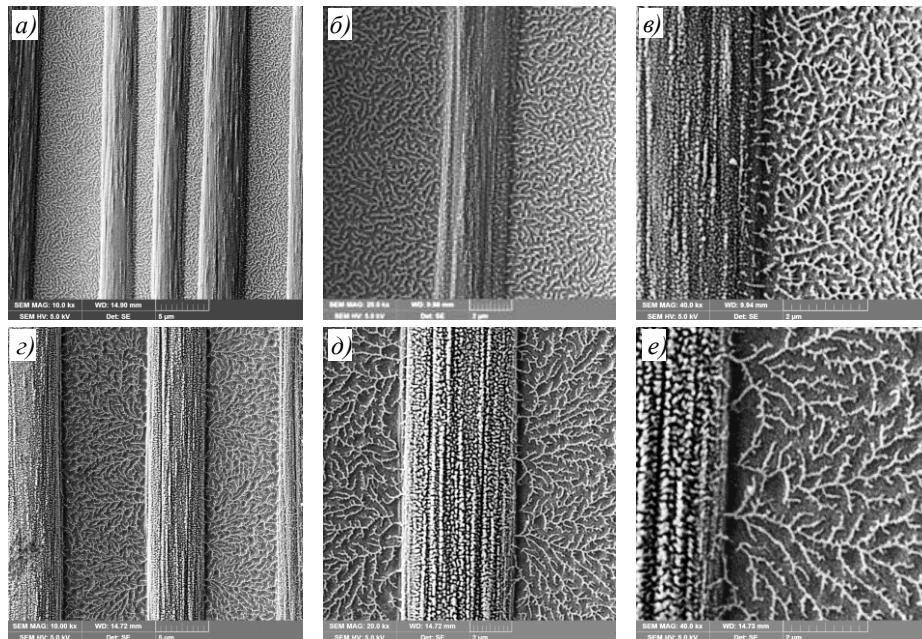


Рис. 1. Микроструктура (*а, с* – $\times 10000$; *б, д* – $\times 20000$; *в, е* – $\times 40000$) внешней поверхности микропластиков на основе связующих производства компании Huntsman (*а–в*) и ВСЭ-81 (*с–е*), наполненных углеродными волокнами

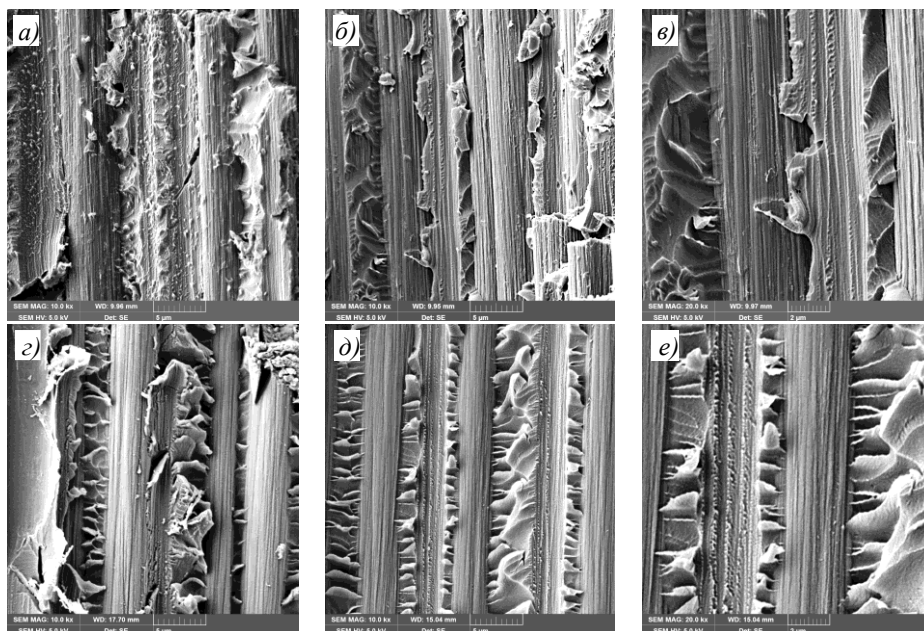


Рис. 2. Микроструктура (*а, с* – $\times 10000$; *б, д* – $\times 20000$; *в, е* – $\times 40000$) поверхности разрушения микропластиков после испытания на растяжение на основе связующих производства компании Huntsman (*а–в*) и ВСЭ-81 (*с–е*), наполненных углеродными волокнами

Заключения

В работе рассмотрены технологические и эксплуатационные характеристики связующего ВСЭ-81, разработанного в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, в сравнении с импортным аналогом. Подробно исследована возможность использования материала при изготовлении микропластиков для проведения испытаний на определение прочности и модуля упругости при растяжении, а также удлинения при разрыве углеродных волокон. По результатам исследования реологических характеристик видно, что связующее ВСЭ-81 позволяет пропитать углеродное волокно методом

намотки без привлечения дополнительного термостатируемого оборудования и обеспечивает длительную технологическую жизнеспособность.

Методом ДСК исследованы процессы отверждения связующего и подтверждена высокая степень конверсии при температуре 75 °С.

Результаты механических исследований образцов связующего и микропластиков на основе углеродного волокна UMT49S-12K-EP показывают, что связующее ВСЭ-81 соответствует требованиям ГОСТ Р ИСО 10618–2012 и не уступает по свойствам импортному аналогу.

Микроструктурные исследования показали высокую смачиваемость поверхностей углеродных волокон в микропластиках на основе связующих производства компании Huntsman и ВСЭ-81. Разрушение микропластиков подчиняется единому механизму.

Список источников

1. Гуняева А.Г., Сидорина А.И., Курносов А.О., Клименко О.Н. Полимерные композиционные материалы нового поколения на основе связующего ВСЭ-1212 и наполнителей, альтернативных наполнителям фирм Porcher Ind. и Toho Tenax // *Авиационные материалы и технологии*. 2018. № 3 (52). С. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.
2. Путилина П.М., Куцевич К.Е., Исаев А.Ю. Полимерные композиционные материалы на основе углеродных и стеклянных волокон для изготовления деталей беспилотных летательных аппаратов и перспективы их развития // *Труды ВИАМ*. 2023. № 8 (126). С. 85–99. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-85-99.
3. Park S.-J. Carbon Fibers. Singapore: Springer Verlag, 2019. 358 p.
4. 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: 18.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
5. Гуняева А.Г., Курносов А.О., Гуляев И.Н. Высокотемпературные полимерные композиционные материалы, разработанные во ФГУП «ВИАМ», для авиационно-космической техники: прошлое, настоящее, будущее (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2021. № 1 (95). С. 43–53. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-43-53.
6. Валуева М.И., Евдокимов А.А., Клименко О.Н., Начаркина А.В. Углепластики в конструкциях изделий космической техники (обзор) // *Все материалы. Энциклопедический справочник*. 2022. № 1. С. 12–21.
7. Анализ российского рынка ПКМ на основе углеродного волокна // *Межрегиональный промышленный кластер «Композиты без границ»*. URL: <http://www.compositescluster.ru/documentation/> (дата обращения: 15.08.2025).
8. Валуева М.И., Зеленина И.В., Мишуров К.С., Гуляев И.Н. Обзор публикаций по разработкам лопаток из полимерных композиционных материалов для вентилятора авиационного двигателя // *Вестник машиностроения*. 2019. № 2. С. 34–41.
9. Варшавский В.Я. Углеродные волокна. М.: Наука, 2005. 496 с.
10. Молчанов Б.И., Гудимов М.М. Свойства углепластиков и область их применения // *Авиационная промышленность*. 1997. № 3–4. С. 58–60.
11. Ерасов В.С., Сибяев И.Г., Сутубалов А.И., Попкова Е.А., Горбовец М.А. Методики механических испытаний по определению прочности углеродных волокон // *Авиационные материалы и технологии*. 2024. № 2 (75). С. 137–148. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-137-148.
12. Ерасов В.С., Конопленко В.П., Пирогов Е.Н. Влияние базы образца на прочность углеродных волокон // *Физика и механика деформации и разрушения*. 1978. Вып. 5. С. 48–53.
13. Гиннэ С.В. К вопросу о полимерных композиционных материалах на основе углеродных волокон // *Механика XXI века*. 2022. № 21. С. 235–241.
14. Колобков А.С., Малаховский С.С. Развитие технологий производства углеродных волокон (обзор) // *Химические волокна*. 2020. № 1. С. 3–7.
15. Малаховский С.С., Панафидникова А.Н., Костромина Н.В., Осипчик В.С. Углепластики в современном мире: их свойства и применения // *Успехи в химии и химической технологии*. 2019. Т. 33. № 6 (216). С. 62–64.

16. Гуль В.Е., Кулезнев В.Н. Структура и механические свойства полимеров. М.: Лабиринт, 1994. 367 с.
17. ГОСТ Р ИСО 10618–2012 (ISO 10618:2004, ASTM D 3039). Волокно углеродное. Метод определения механических свойств пропитанных смолой нитей при растяжении. М.: Стандартиформ, 2015. 23 с.
18. ГОСТ 11262–2017 (ISO 527-2:2012). Пластмассы. Метод испытания на растяжение. М.: Стандартиформ, 2018. 26 с.
19. Механика разрушения. Разрушение материалов. Пер. с англ. / под ред. Р.В. Гольдштейна. М.: Мир, 1979. 240 с.
20. Деев И.С., Кобец Л.П. Фрактография эпоксидных полимеров // Высокомолекулярные соединения. Сер.: А. 1996. Т. 38. № 4. С. 27–34.
21. Deev I.S., Kurshev E.V., Lonskii S.L., Nikishin E.F. The structure and composition of samples made of carbon-fiber-reinforced plastic KMU-4l exposed for 12 years on the exterior surface of the international space station: 1. Macrostructure and surface composition // Inorganic Materials: Applied Research. 2016. Vol. 7. No. 6. P. 840–846.
22. Куршев Е.В., Лонский С.Л., Егоров Ю.А., Зеленина И.В. Исследование изменений микроструктуры и химического состава полиимидного углепластика после воздействия имитируемых эксплуатационных факторов // Вопросы материаловедения. 2024. № 4 (120). С. 88–102.
23. Куршев Е.В., Лонский С.Л., Деев И.С. Применение метода сканирующей электронной микроскопии и рентгеноспектрального микроанализа для исследования неметаллических композиционных материалов // Исследование конструкционных материалов и функциональных покрытий методами оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, методами рентгеноструктурного и рентгеноспектрального микроанализа: сб. материалов VIII Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат». М., 2016. Ч. 2. С. 1–13.
24. Зеленина И.В., Валуева М.И., Начаркина А.В., Куршев Е.В. Структура и свойства высокотемпературного углепластика на основе полиимидного связующего // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). С. 13–28. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-13-28.
25. ГОСТ 25271–93 (ISO 2555:1989). Пластмассы. Смолы жидкие, эмульсии или дисперсии. Определение кажущейся вязкости по Брукфильду. М.: Изд-во стандартов, 1994. 15 с.
26. ГОСТ Р 55134–2012 (ISO 11357-1:2009). Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы. М.: Стандартиформ, 2014. 26 с.
27. Вешкин Е.А., Славин А.В., Постнова М.В., Апалькова А.В. Роль температурно-временных условий отверждения в формировании свойств однонаправленного и равнопрочного углепластиков // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 2 (79). С. 59–71. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.08.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
28. Зеленина И.В., Гуляев И.Н., Кучеровский А.И., Мухаметов Р.Р. Термостойкие углепластики для рабочего колеса центробежного компрессора // Труды ВИАМ. 2016. № 2 (38). С. 64–71. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-8-8.
29. Деев И.С., Каблов Е.Н., Кобец Л.П., Чурсова Л.В. Исследование методом сканирующей электронной микроскопии деформации микрофазовой структуры полимерных матриц при механическом нагружении // Труды ВИАМ. 2014. № 7. С. 35–50. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-6-6.
30. Деев И.С., Кобец Л.П. Исследование микроструктуры и особенностей разрушения эпоксидных полимеров и композитных материалов на их основе // Материаловедение. 2010. № 5. С. 8–16.
31. Деев И.С., Кобец Л.П. Исследование микроструктуры и особенностей разрушения эпоксидных полимеров и композитных материалов на их основе (окончание) // Материаловедение. 2010. № 6. С. 13–18.
32. Liu L., Du M., Liu F. Recent advances in interface microscopic characterization of carbon fiber-reinforced polymer composites // Frontiers in Materials. 2023. Vol. 10. P. 1–18.

References

1. Gunyaeva A.G., Sidorina A.I., Kurnosov A.O., Klimenko O.N. Polymeric composite materials of new generation on the basis of binder VSE-1212 and the filling agents alternative to ones of Porcher Ind. and Toho Tenax. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2018, no. 3 (52), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-18-26.

2. Putilina P.M., Kutsevich K.E., Isaev A.Yu. Carbon fiber-reinforced and glass fiber-reinforced polymer composites for the manufacture of components for unmanned aerial vehicles and their developing prospects. *Trudy VIAM*, 2023, no. 8 (126), pp. 85–99. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-8-85-99.
3. Park S.-J. *Carbon Fibers*. Singapore: Springer Verlag, 2019, 358 p.
4. 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 18, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
5. Gunyaeva A.G., Kurnosov A.O., Gulyaev I.N. High-temperature polymer composite materials developed FSUE «VIAM» for aerospace engineering: past, present and future (review). *Trudy VIAM*, 2021, no. 1 (95), pp. 43–53. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-1-43-53.
6. Valueva M.I., Evdokimov A.A., Klimenko O.N., Nacharkina A.V. Carbon fiber-reinforced plastics in spacecraft designs (review). *Vse materialy. Entsiklopedicheskiy spravochnik*, 2022, no. 1, pp. 12–21.
7. Analysis of the Russian carbon fiber-based polymer composites market. *Interregional industrial cluster «Composites without Borders»*. Available at: <http://www.compositescluster.ru/documentation/> (accessed: August 15, 2025).
8. Valueva M.I., Zelenina I.V., Mishurov K.S., Gulyaev I.N. Review of publications on the development of blades made of polymer composite materials for aircraft engine fans. *Vestnik mashinostroyeniya*, 2019, no. 2, pp. 34–41.
9. Varshavsky V.Ya. *Carbon fibers*. Moscow: Nauka, 2005, 496 p.
10. Molchanov B.I., Gudimov M.M. Properties of carbon fiber reinforced plastics and their scope of application. *Aviatsionnaya promyshlennost*, 1997, no. 3–4, pp. 58–60.
11. Erasov V.S., Sibayev I.G., Sutubalov A.I., Popkova E.A., Gorbovets M.A. Methods of mechanical testing to determine the strength of carbon fibers. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 2 (75), pp. 137–148. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-2-137-148.
12. Erasov V.S., Konoplenko V.P., Pirogov E.N. Effect of the Sample Base on the Strength of Carbon Fibers. *Fizika i mekhanika deformatsii i razrusheniya*, 1978, is. 5, pp. 48–53.
13. Ginne S.V. On the Issue of Polymer Composite Materials Based on Carbon Fibers. *Mekhaniki XXI veku*, 2022, no. 21, pp. 235–241.
14. Kolobkov A.S., Malakhovsky S.S. Development of Carbon Fiber Production Technologies (review). *Khimicheskie volokna*, 2020, no. 1, pp. 3–7.
15. Malakhovsky S.S., Panafidnikova A.N., Kostromina N.V., Osipchik V.S. Carbon fiber reinforced plastics in the modern world: their properties and applications. *Uspekhi v khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2019, vol. 33, no. 6 (216), pp. 62–64.
16. Gul V.E., Kuleznev V.N. *Structure and mechanical properties of polymers*. Moscow: Labirint, 1994, 367 p.
17. State Standard R ISO 10618–2012 (ISO 10618:2004, ASTM D 3039). *Carbon fiber. Method for determination of tensile mechanical properties of resin-impregnated yarns*. Moscow: Standartinform, 2015, 23 p.
18. GOST 11262–2017 (ISO 527-2:2012). *Plastics. Tensile test method*. Moscow: Standartinform, 2018, 26 p.
19. *Fracture Mechanics. Fracture of Materials*. Trans. from Engl. Ed. R.V. Goldstein. Moscow: Mir, 1979, 240 p.
20. Deev I.S., Kobets L.P. Fractography of Epoxy Polymers. *Vysokomolekulyarnye soedineniya. Ser.: A*, 1996, vol. 38, no. 4, pp. 27–34.
21. Deev I.S., Kurshev E.V., Lonskii S.L., Nikishin E.F. The structure and composition of samples made of carbon-fiber-reinforced plastic KMU-4I exposed for 12 years on the exterior surface of the international space station: 1. Macrostructure and surface composition. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2016, vol. 7, no. 6, pp. 840–846.
22. Kurshev E.V., Lonskiy S.L., Egorov Yu.A., Zelenina I.V. Study of changes in the microstructure and chemical composition of polyimide carbon fiber reinforced plastic after exposure to simulated operational factors. *Voprosy Materialovedeniya*, 2024, no. 4 (120), pp. 88–102.

23. Kurshev E.V., Lonskiy S.L., Deev I.S. Application of scanning electron microscopy and X-ray spectral microanalysis to study non-metallic composite materials. *Study of structural materials and functional coatings by optical, scanning and transmission electron microscopy, X-ray diffraction and X-ray spectral microanalysis: collection of materials of the VIII All-Rus. Conf. on testing and research of materials properties «TestMat»*. Moscow, 2016, part 2, pp. 1–13.
24. Zelenina I.V., Valueva M.I., Nacharkina A.V., Kurshev E.V. Structure and properties of high-temperature carbon fiber reinforced plastic based on polyimide binder. *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 13–28. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-13-28.
25. State Standard 25271–93 (ISO 2555:1989). *Plastics. Liquid resins, emulsions, or dispersions. Determination of apparent viscosity by the Brookfield method*. Moscow: Publishing House of Standards, 1994, 15 p.
26. State Standard R 55134–2012 (ISO 11357-1:2009). *Plastics. Differential scanning calorimetry (DSC). Part 1. General principles*. Moscow: Standartinform, 2014, 26 p.
27. Veshkin E.A., Slavin A.V., Postnova M.V., Apalkova A.V. The role of temperature-time curing conditions in the formation of unidirectional and equally strong carbon fiber plastics properties. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 2 (79), pp. 59–71. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: August 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
28. Zelenina I.V., Gulyayev I.N., Kucherovskiy A.I., Mukhametov R.R. Heat-resistant CFRP for the impulse wheel of the centrifugal compressor. *Trudy VIAM*, 2016, no. 2 (38), pp. 64–71. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-8-8.
29. Deev I.S., Kablov E.N., Kobets L.P., Chursova L.V. Research of the scanning electron microscopy method deformation of microphase structure of polymeric matrix at mechanical loading. *Trudy VIAM*, 2014, no. 7, pp. 35–50. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: August 18, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-7-6-6.
30. Deev I.S., Kobets L.P. Study of the microstructure and fracture characteristics of epoxy polymers and composite materials based on them. *Materialovedenie*, 2010, no. 5, pp. 8–16.
31. Deev I.S., Kobets L.P. Study of the microstructure and fracture characteristics of epoxy polymers and composite materials based on them (conclusion). *Materialovedenie*, 2010, no. 6, pp. 13–18.
32. Liu L., Du M., Liu F. Recent advances in interface microscopic characterization of carbon fiber-reinforced polymer composites. *Frontiers in Materials*, 2023, vol. 10, pp. 1–18.

Информация об авторах

Вахрушева Яна Андреевна, заместитель начальника Научно-исследовательского отделения, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Ткачук Анатолий Иванович, начальник лаборатории, к.х.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Афанасьева Евгения Александровна, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Курсhev Евгений Васильевич, ведущий инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

Information about the authors

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

Anatoli I. Tkachuk, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Chem.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Evgenia A. Afanaseva, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

Статья поступила в редакцию 11.11.2025; одобрена и принята к публикации после рецензирования 12.01.2026.
The article was submitted 11.11.2025; approved and accepted for publication after reviewing 12.01.2026.

Научная статья

УДК 666.3-1

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-108-117

НОСИТЕЛИ КАТАЛИЗАТОРОВ НА ОСНОВЕ ОКСИДА АЛЮМИНИЯ

А.С. Беспалов¹

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

Аннотация. Рассмотрены способы получения и основные направления применения носителей гетерогенных катализаторов на основе оксида алюминия. Предложены некоторые аспекты применения высокопористых керамических материалов на основе оксидных волокон, раскрывающие их перспективность в качестве носителей катализаторов и каталитически активных веществ. Показана высокая эффективность применения катализаторов на носителях из таких материалов в перспективных процессах получения синтез-газа методами кислородной и углекислотной конверсии метана.

Ключевые слова: волокнистый высокопористый керамический материал, волокна оксида алюминия, гамма-фаза, катализатор, носитель катализаторов, конверсия

Для цитирования: Беспалов А.С. Носители катализаторов на основе оксида алюминия // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 108–117. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-108-117.

Scientific article

ALUMINUM OXIDE-BASED CATALYST CARRIERS

A.S. Bespalov¹

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

Abstract. Methods of preparation and main directions of application of carriers of heterogeneous catalysts based on aluminum oxide are considered. Some aspects of the use of highly porous ceramic materials based on oxide fibers are shown, revealing the prospects of using this class of material as carriers of catalysts and catalytically active substances. The high efficiency of using catalysts on carriers made of such materials in promising processes for producing synthesis gas from oxygen and carbon dioxide conversions of methane is shown.

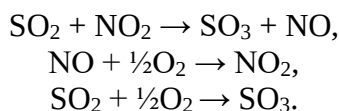
Keywords: fibrous high-porous ceramic material, alumina fibers, gamma phase, catalyst, catalyst carrier, conversion

For citation: Bespalov A.S. Aluminum oxide-based catalyst carriers. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 108–117. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-108-117.

Введение

Практически 90 % всех химических процессов в различных сферах промышленности, таких как химическая, нефтехимическая, пищевая, фармацевтическая, металлургическая, строительная и др., не обходятся без применения катализаторов. Существует обширная номенклатура катализаторов, необходимых для конкретных реакций технологических процессов.

Катализаторы подразделяют на два типа (гетерогенные и гомогенные) в зависимости от агрегатного состояния катализатора и самого реагента. К гомогенным относят те, которые находятся в одной и той же фазе с реагирующими веществами. Например, газофазное окисление сернистого ангидрида до серного происходит в присутствии диоксида азота по реакции, открытой учеными Н. Клеманом и Ш. Дезормом:



В случае разных фазовых состояний реагента и катализатора имеет место гетерогенный катализ. Как правило, гетерогенный катализатор является твердым веществом, а реагенты находятся в газообразном или жидком состоянии. При этом ускоренная реакция происходит на его поверхности, что может указывать на незначительный расход каталитически активного вещества на единицу массы реагента.

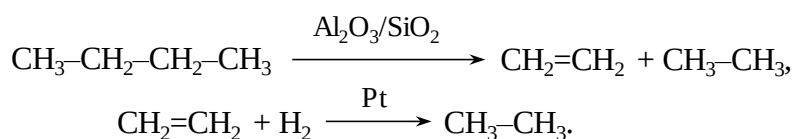
Значительную часть гетерогенных каталитически активных веществ занимают благородные металлы (например, платина и палладий), никель, переходные металлы VIII группы, а также их соединения (например, их оксиды и комплексные соединения), твердые кислоты.

К гетерогенным катализаторам предъявляют следующие требования: высокая механическая прочность, предотвращающая измельчение под действием потока реагента и унос из реактора; высокая концентрация активных центров в единице объема (или массы) катализатора, позволяющая уменьшить загрузку реактора; химическая стойкость и экономическая составляющая.

Как правило, с целью увеличения концентрации активных центров катализаторов, стабилизации их частиц для предотвращения агломерации и спекания, а также многократного уменьшения загрузки катализатора применяются так называемые подложки – носители катализаторов. К основным требованиям к носителям можно отнести химическую инертность, высокую механическую прочность и удельную поверхность, пористость и стабильность работы в условиях протекания реакции (включая высокие температуры) [1].

На протяжении многих десятилетий ученые пытаются объяснить различия в свойствах катализаторов, нанесенных, например, на подложки на основе оксида алюминия или оксида кремния. Тот факт, что разные типы носителя отличаются параметрами решетки или кристаллической структурой, дает основание полагать, что эпитаксия – главный фактор, определяющий свойства катализатора, хотя во многих случаях ее трудно обнаружить доступными методами исследования поверхностей. Каталитические свойства нанесенного на носитель вещества при эпитаксии изменяются, что приводит к большей лабильности соединений [2].

В настоящее время в промышленности, в частности в нефтеперерабатывающей отрасли, большинство катализаторов наносят на высокопористый носитель на основе оксида алюминия. Следует отметить, что для некоторых реакций носитель на основе оксида алюминия или алюмосиликата выступает в качестве каталитически активного вещества. Так, например, получение этана из бутана возможно в двухстадийном процессе:



При этом возможно проведение реакции в одну стадию при использовании катализатора Pt на носителе $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$.

В настоящее время в России применяют в основном импортные катализаторы, зависимость от импорта довольно высокая [3]. Однако уже существуют тенденции к расширению производственных мощностей с целью импортозамещения, а крупнейшие нефтеперерабатывающие заводы начинают отказываться от импортного сырья. Правительство и инвесторы уделяют значительное внимание развитию научных и производственных предприятий, деятельность которых направлена на изучение и выпуск особо важных катализаторов и их носителей. В стране насчитывается несколько крупных производителей каталитических систем, а также перерабатывающих производств, среди которых следует отметить АО «СКТБ «Катализатор», АО «Ангарский завод катализаторов и органического синтеза», ООО «Салаватский катализаторный завод», АО «Промышленные катализаторы», ООО «НИАП-Катализатор», ЗАО «Редкинский катализаторный завод», ООО «Стерлитамакский завод катализаторов», ООО «Ишимбайский специализированный химический завод катализаторов», ООО «Новокуйбышевский завод катализаторов», АО «Газпромнефть-ОНПЗ», ЗАО «Нижегородские сорбенты» и др. [4–6]. Однако данные промышленные мощности способны лишь частично закрыть потребность нефтедобывающих и перерабатывающих заводов [7].

Наиболее распространенным методом получения носителя на основе оксида алюминия является переосаждение. В качестве исходных компонентов применяются гиббсит или алюминатные растворы глиноземного производства. Зпатентовано множество способов получения гидроксида алюминия бемитной и псевдобемитной фаз, представляющих наибольший интерес для изготовления носителей катализаторов и сорбентов [8]. Как правило, для формования носителей катализаторов применяют экструзию алюмогелей, когда порошок гидроксида алюминия смешивают с водой, пептизирующим агентом (например, азотная или уксусная кислота) и зачастую пластификатором (например, поливиниловый спирт). Данный состав обеспечивает необходимые реологические характеристики и псевдопластичное состояние. Такую пасту экструдуют, как правило, в виде цилиндров диаметром от одного до нескольких миллиметров либо в виде других форм, обусловленных особенностями конкретных технологических процессов и конструкцией реакторов [9], затем сушат и прокаливают.

Оксид алюминия существует как в метастабильных состояниях (фазы χ , κ , η , θ , γ , δ), зависящих от природы исходного компонента (гиббсит, бемит, байерит, диаспор), так и в стабильной α -фазе (корунд), которая является конечным продуктом дегидратации предшественников. Схематически данные превращения представлены на рис. 1.

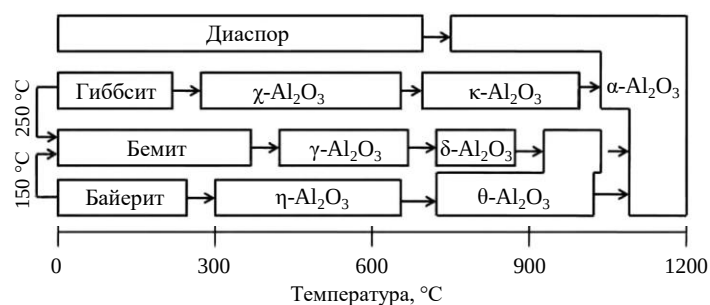


Рис. 1. Схематическое изображение фазовых переходов гидроксидов и оксидов алюминия в корунд при термической обработке [10]

В зависимости от фазового состояния, кристаллического строения (шпинельный тип структуры для фаз η , θ , γ и δ , гексагональный – для фаз χ и κ) и морфологии оксид алюминия характеризуется различной активностью и количеством кислотных центров Льюиса [11, 12].

Оксид алюминия в качестве носителя катализаторов востребован в первую очередь в процессах гидрогенизации, таких как гидрокрекинг, гидрориформинг, гидроочистка и др., проходящих под давлением в атмосфере водорода [13]. Перспективно получение на его основе эффективных кислотных катализаторов изомеризации н-бутана в среде водорода [14], для разложения природного полисахарида ксилана с максимальным выходом целевого продукта [15] и др.

Зачастую применение в качестве носителя чистого оксида алюминия может привести к нежелательным последствиям. Так, например, в случае применения платины в нейтрализаторах дымовых выбросов, работающих при высоких температурах (до 800 °C), может произойти негативный эффект – подвижный ион металла может мигрировать в объем оксида алюминия и, как следствие, стать каталитически недоступным. Решить данную проблему возможно путем взаимодействия оксида алюминия с оксидами других элементов для формирования более плотной элементарной ячейки в сравнении со всеми фазами Al_2O_3 . Катализатор на алюмомагниево-шпинели способен работать при более высоких температурах, а оксиды кобальта, никеля, меди и церия обладают каталитическими свойствами, помимо способности образовывать плотные кристаллы с оксидом алюминия [16].

Материалы и методы

Помимо модификации подложек на основе оксида алюминия другими оксидами, возможно создание носителей катализаторов заданного химического состава. Специалисты НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ обладают значительными компетенциями и опытом разработки волокон тугоплавких оксидов заданного химического состава и микроструктуры, включая фазовый состав, а также высокопористых керамических материалов (ВПКМ) на их основе [17–20] в виде гибких матов или жестких плит необходимых геометрических размеров. По совокупности физико-механических свойств и морфологического строения ВПКМ отвечают основным требованиям, предъявляемым к носителям гетерогенных катализаторов: топология пор обеспечивает хороший контакт и проток газообразных и жидких реагентов, а химический и фазовый составы – необходимую термическую стойкость [21], высокая удельная поверхность позволит уменьшить расход катализатора на единицу объема загрузки реактора. Все это в совокупности позволяет рассматривать ВПКМ на основе оксидных волокон как перспективные носители гетерогенных катализаторов.

Процесс Фишера–Тропша – химическая реакция, при которой смесь монооксида углерода CO и водорода H_2 (синтез-газ) преобразуется в жидкие углеводороды с последующим их превращением в экологически чистые моторные топлива. Интерес к данному синтезу как ученых, так и производителей вызван в первую очередь огромными запасами природного газа на территории нашей страны. Наиболее распространенным в промышленности процессом получения синтез-газа, в частности водорода товарного качества, является паровая конверсия метана [22]. Перспективными процессами, способными составить конкуренцию паровой конверсии, являются кислородная (ККМ) и углекислотная (УКМ) конверсии метана. Процесс ККМ является эндотермическим, требует значительно меньшее количество энергии и позволяет получать синтез-газ с соотношением $H_2/CO = 2$. В процессе УКМ изготавливают синтез-газ с соотношением $H_2/CO = 1$. Следует отметить, что в качестве исходного компонента данного процесса можно использовать возобновляемое сырье.

Как правило, исследования каталитической активности систем в различных реакциях основываются не только на теоретических, но и на статистических опытных данных и подбираются методом проб и ошибок. С учетом значительного опыта в области гетерогенного катализа ученые из Российского государственного университета

нефти и газа им. И.М. Губкина предложили определенные типы веществ, катализирующих процессы получения синтез-газа [23, 24], для апробации ВПКМ на основе волокон $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ и SiO_2 в качестве их носителей.

К числу других перспективных химических процессов, происходящих в присутствии катализаторов, относятся одностадийное получение этилена из метана (реакция окислительной димеризации метана) [25] и переработка возобновляемого сырья (растительных масел) в компоненты моторных топлив [26] и спиртов (изобутанола) в олефины $\text{C}_2\text{--C}_5$ [27].

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

Результаты и обсуждение

В таблице приведены системы с применением ВПКМ в качестве подложек и самостоятельных катализаторов, показавшие положительные результаты [28].

Результаты испытаний каталитической активности катализаторов с применением высокопористых керамических материалов в качестве подложек и самостоятельных катализаторов

Каталитический центр	Тип реакции	Температура процесса, °C	Конверсия, %	Селективность, %
$\text{NdNi}_{0,5}\text{Co}_{0,5}\text{O}_3$	Кислородная конверсия метана	800–990	99–100	99–100
	Углекислотная конверсия метана	780–930	99–100	99–100
$\text{Li}_2\text{WO}_4 + \text{MnCl}_2$	Окислительная димеризация метана	800–990	57	17
Высокопористый керамический материал	Конверсия изобутанола	340–400	100	67
	Гидроконверсия рапсового масла	600	100	64

Процессы проводили в реакторе проточного типа с подводом тепла извне. Состав продуктов анализировали методом газожидкостной хроматографии [29].

Согласно данным таблицы, катализаторы на носителях из ВПКМ обеспечивают полноту превращения метана в синтез-газ, что открывает широкие возможности для их практического применения. Важным аспектом является низкая кажущаяся плотность данных носителей. При прочих характеристиках, схожих с показателями широко применяемых аналогичных носителей, это позволит в несколько раз уменьшить расход катализатора при одинаковом объеме загрузки реактора.

Следует отметить, что применение ВПКМ в качестве каталитически активных веществ также показало положительный результат.

Еще одним типом каталитических центров, подобранных для практического выявления возможности применения ВПКМ в качестве носителя, стали клатрохелаты – клеточные комплексы с ионом металла, инкапсулированного в трехмерной полости макрополициклического лиганда [27], в частности клатрохелатные комплексы *d*-металлов (Fe, Co и Ru). Полученные комплексы иммобилизованы на гидроксильной поверхности тугоплавких керамических волокон ВПКМ. Иммобилизация возможна благодаря наличию терминальных реакционноспособных и полярных групп в молекулах клатрохелатных комплексов железа, рутения и кобальта (рис. 2).

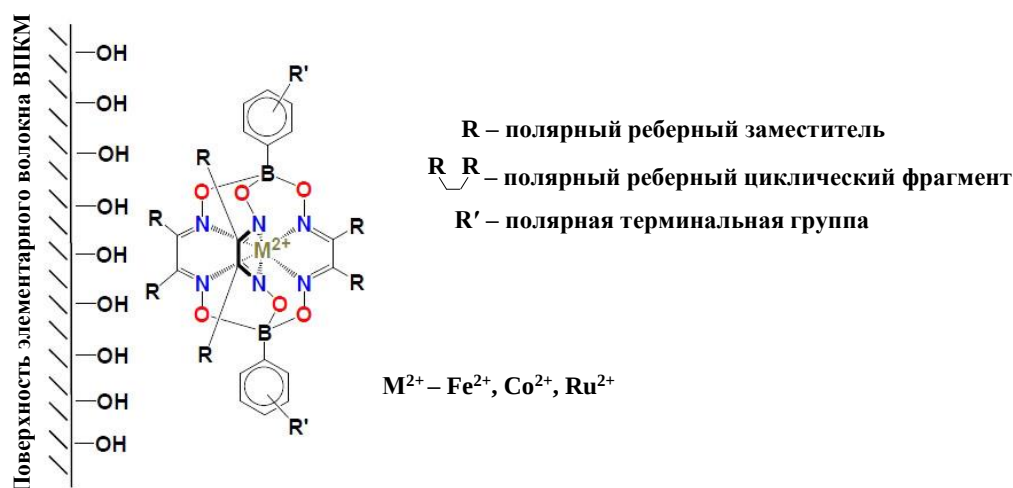


Рис. 2. Схематическое изображение нанесения клатрохелатных комплексов d -металлов на поверхность элементарных волокон высокопористого керамического материала (ВПКМ)

Раствор клатрохелатных комплексов в хлористом метиле, интенсивно окрашенных в видимой области, свободно проникает в ВПКМ на основе оксидных волокон с высокой лиофильностью путем самодиффузии. В процессе удаления растворителя и сушки происходит иммобилизация каталитических центров на поверхность элементарных волокон во всем его объеме. При последующей промывке небольшим количеством хлористого этилена происходило удаление не иммобилизованного на поверхность волокна избыточного количества комплексов, наблюдаемое визуально.

Рутенийсодержащий катализатор на основе матрицы ВПКМ не проявил активности в реакции ККМ, но оказался активным и селективным катализатором УКМ в синтез-газ. При использовании данного катализатора при температуре процесса 900°C в потоке эквимолярной смеси CO_2 и метана выход CO и H_2 составил 95 % в пересчете на суммарное количество поданных CH_4 и CO_2 . Таким образом, иммобилизация на носителе ВПКМ клатрохелатного комплекса рутения позволила получить активный и селективный катализатор превращения смеси метана и CO_2 в синтез-газ с соотношением $\text{H}_2/\text{CO} = 1$.

Применение катализаторов на основе клатрохелатсодержащих материалов для УКМ может минимизировать основной недостаток процесса – сильное зауглероживание, снижающее их производительность и ресурс использования. Применение комплексов также обеспечивает протекание каталитического процесса получения синтез-газа с высокой активностью за счет одного атома такого дорогостоящего металла, как рутений, изолированного матрицей из продуктов превращения клатрохелатного лиганда [27].

Заключения

Рассмотрены типы и особенности носителей катализаторов, применяемых в нефтеперерабатывающей промышленности, а также перспективы применения ВПКМ на основе волокон $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ и SiO_2 в качестве как носителей катализаторов, так и самостоятельных каталитически активных веществ.

Благодарности

Автор благодарит академика РАН, д.х.н. В.М. Бузника за научное руководство и активный вклад в продвижение совместных работ научно-исследовательских институтов, академика РАН, д.х.н. А.Г. Дедова, чл.-корр. РАН, д.х.н. Я.З. Волошина и д.х.н., профессора А.С. Локтева за проведенные исследования и интерпретацию полученных результатов.

Список источников

1. Леффлер У.Л. Переработка нефти. 2-е изд., пересмотр. Пер. с англ. М.: Олимп-Бизнес, 2004. 224 с.
2. Stiles A.B. Catalyst supports and supported catalysts. Theoretical and applied concepts. Boston: Butterworths publishers, 1987. 270 p. DOI: 10.1002/aic.690340129.
3. Капустин В.М., Иванов А.В. Производство катализаторов для нефтепереработки и нефтехимии в России // Neftegaz.RU. 2023. № 9 (141). С. 18. URL: <https://magazine.neftegaz.ru/articles/importozameshchenie/795285-proizvodstvo-katalizatorov-dlya-neftepererabotki-i-neftekhimii-v-rossii>/Научная статья (дата обращения: 01.11.2025).
4. Нефтеперерабатывающие заводы России и стран СНГ: справочник. М.: ОМТ-Консалт, 2018. 155 с.
5. Каталог нефтеперерабатывающих и газоперерабатывающих заводов (НПЗ/ГПЗ). Объекты LNG проектов СНГ // Energybase. URL: <https://clck.ru/TKVdn> (дата обращения: 01.11.2025).
6. Носков А.С. Научно-технический уровень исследований и перспективы импортозамещения в области промышленных катализаторов // Вестник РАН. 2022. Т. 92. № 10. С. 940–949.
7. Беспалов А.С., Истомин А.В. Рассмотрение особенностей высокопористых материалов для применения в качестве носителей каталитически активных веществ // Труды ВИАМ. 2025. № 10 (152). С. 96–105 URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 01.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-96-105.
8. Дзисько В.А., Иванова А.С. Основные методы получения активного оксида алюминия // Известия СО АН СССР. Сер. химических наук. 1985. № 15. С. 110–119.
9. Рябов В.Д. Химия нефти и газа: учеб. для вузов. М.: Изд-во «Техника» ГУМА ГРУПП, 2018. 288 с.
10. Ptáček P. Strontium Aluminate – Cement Fundamentals, Manufacturing, Hydration, Setting Behaviour and Applications. Rijeka: In Tech, 2014. 350 p.
11. Digne M., Raybaud P., Sautet P. et al. Atomic scale insights on chlorinated alumina surfaces // Journal of the American Chemical Society. 2008. Vol. 130. P. 11030–11039.
12. Боруцкий П.Н. Каталитические процессы получения углеводородов разветвленного строения. СПб.: Профессионал, 2010. 724 с.
13. Князев А.В., Лавров Б.А. Современные технологии производства алюмогидроксидного сырья для носителей катализаторов // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (Технического университета). 2021. № 59 (84). С. 37–46. DOI: 10.36807/1998-9849-2021-59-85-37-46.
14. Тагандурдыева Н., Нараев В.Н., Постнов А.Ю., Мальцева Н.В. Получение алюмооксидного носителя катализатора изомеризации углеводородов регидратацией продуктов термической активации гиббсита // Известия Санкт-Петербургского государственного технологического института (Технического университета). 2018. № 46 (72). С. 16–21.
15. Тамбасова Д.П., Любякина П.Н., Антонов Д.О., Ковалева Е.Г. Гетерогенные катализаторы на основе гамма оксида алюминия с иммобилизованной ксиланазой для гидролитического разложения ксилана // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Сер.: Пищевые и биотехнологии. 2021. Т. 9. № 1. С. 57–67. DOI: 10.14529/food210107.
16. Chan S.S., Wachs I.E., Murrell L.L. et al. Laser Raman characterization of tungsten oxide supported on alumina: influence of calcination temperatures // Journal of Catalysis. 1985. Vol. 92. Is. 1. P. 1–10. DOI: 10.1016/0021-9517(85)90231-3.
17. 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.
18. Саврицкий А.Н., Мараховский П.С., Салимов И.Э., Бабашов В.Г. Исследование зависимости теплопроводности от плотности низкоплотного теплозвукоизоляционного материала на основе стеклянных волокон // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 3 (80). С. 149–160. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 01.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-149-160.

19. Суджанская И.В., Лебедева Ю.Е., Ваганова М.Л., Щеголева Н.Е. Параметры, влияющие на ионную проводимость твердых электролитов на основе диоксида церия // Труды ВИАМ. 2025. № 1 (143). С. 60–73. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-60-73.
20. Беспалов А.С., Салимов И.Э., Юдин А.В. Придание высоких гидрофобных свойств высокопористому керамическому материалу низкоконтрированными растворами фторпарафина в среде сверхкритического диоксида углерода // Авиационные материалы и технологии. 2025. № 1 (78). С. 39–48. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 27.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-39-48.
21. Бузник В.М., Бабашов В.Г., Беспалов А.С. и др. Фундаментальные исследования для совершенствования и расширения областей применения высокопористых керамических материалов // Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года: Материалы V Всерос. науч.-техн. конф. (г. Москва, 28 июня 2019 г.). М., 2019. С. 18–39.
22. Арутюнов В.С., Крылов О.В. Органическая химия: окислительные превращения метана: учеб. пособие для вузов. 2-е изд., испр. и доп. М.: Юрайт, 2017. 371 с.
23. Rodrigues L.M.T.S., Silva R.B., Rocha M.G.C. et al. Partial oxidation of methane on Ni and Pd catalysts: influence of active phase and CeO₂ modification // Catalysis Today. 2012. Vol. 197 (1). P. 137–143.
24. Zeng S., Zhang X., Fu X. et al. Co/Ce_xZr_{1-x}O₂ solid-solution catalysts with cubic fluorite structure for carbon dioxide reforming of methane // Applied Catalysis B. 2013. Vol. 136–137. P. 308–316. DOI: 10.1016/j.apcatb.2013.02.019.
25. Chalupka K.A., Jozwiak W.K., Rynkowski J. et al. Partial oxidation of methane on Ni_xAlBEA and Ni_xSiBEA zeolite catalysts: Remarkable effect of preparation procedure and Ni content // Applied Catalysis B. 2014. Vol. 146. P. 227–236.
26. Исаева Е.А., Локтев А.С., Мухин И.Е., Беспалов А.С., Бузник В.М., Дедов А.Г. Новые катализаторы на основе высокопористых керамических материалов для переработки газового и возобновляемого сырья в продукты нефтехимии // Сб. тез. 14-й конф. «Физико-химические проблемы возобновляемой энергетики». Черноголовка, 2018. С. 105.
27. Voloshin Y.Z., Belaya I.G., Krämer R. Cage metal complexes: clathrochelates revisited. Heidelberg: Springer, 2017. 467 p. DOI: 10.1007/978-3-319-56420-3.
28. Dedov A.G., Voloshin Y.Z., Loktev A.S., Buznik V.M., Belov A.S., Bepalov A.S. New heterogeneous catalytic system based on highly porous ceramic materials modified with immobilized d-metal cage complexes for H₂ production from CH₄ // Mendeleev Communications. 2019. Vol. 29. No. 6. P. 669–671. DOI: 10.1016/j.mencom.2019.11.022.
29. Дедов А.Г., Локтев А.С., Иванов В.К. и др. Селективное окисление метана в синтезгаз: катализаторы на основе кобальта и никеля // Доклады академии наук. 2015. Т. 461. № 4. С. 426–432.

References

1. Leffler W.L. *Oil refining*. 2nd ed., rev. trans. from Engl. Moscow: Olimp-Biznes, 2004, 224 p.
2. Stiles A.B. *Catalyst supports and supported catalysts. Theoretical and applied concepts*. Boston: Butterworths publishers, 1987, 270 p. DOI: 10.1002/aic.690340129.
3. Kapustin V.M., Ivanov A.V. Production of catalysts for oil refining and petrochemistry in Russia. *Neftegaz.RU*, 2023, no. 9 (141), p. 18. Available at: <https://magazine.neftgaz.ru/articles/importozameshchenie/795285-proizvodstvo-katalizatorov-dlya-neftepererabotki-i-neftekhimii-v-rossii>/Научная статья (accessed: November 01, 2025).
4. *Oil refineries of Russia and the CIS countries: a reference book*. Moscow: OMT-Konsalt, 2018, 155 p.
5. *Catalog of oil refineries and gas processing plants (ORPs/GPPs). CIS LNG project facilities*. Available at: <https://clck.ru/TKVdn> (accessed: November 01, 2025).
6. Noskov A.S. Scientific and technical level of research and prospects for import substitution in the field of industrial catalysts. *Vestnik RAN*, 2022, vol. 92, no. 10, pp. 940–949.

7. Besspalov A.S., Istomin A.V. Features of high-porous materials for use as carriers of catalytically active substances. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 96–105. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 01, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-96-105.
8. Dzisko V.A., Ivanova A.S. Basic methods for obtaining active aluminum oxide. *Izvestiya SO AN SSSR. Ser.: Chemical Sciences*, 1985, no. 15, pp. 110–119.
9. Ryabov V.D. *Chemistry of Oil and Gas*: Textbook for Univ. Moscow: Publ. House «Tekhnika» GUMA GRUPP, 2018, 288 p.
10. Ptáček P. *Strontium Aluminate – Cement Fundamentals, Manufacturing, Hydration, Setting Behaviour and Applications*. Rijeka: In Tech, 2014. 350 p.
11. Digne M., Raybaud P., Sautet P. et al. Atomic scale insights on chlorinated alumina surfaces. *Journal of the American Chemical Society*, 2008, vol. 130, pp. 11030–11039.
12. Borutskiy P.N. *Catalytic processes for producing branched hydrocarbons*. St. Petersburg: Professional, 2010, 724 p.
13. Knyazev A.V., Lavrov B.A. Modern technologies for the production of aluminum hydroxide raw materials for catalyst supports. *Izvestiya Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo instituta (Tekhnicheskogo universiteta)*, 2021, no. 59 (84), pp. 37–46. DOI: 10.36807/1998-9849-2021-59-85-37-46.
14. Tagandurdyeva N., Narayev V.N., Postnov A.Yu., Maltseva N.V. Preparation of an alumina support for a hydrocarbon isomerization catalyst by rehydration of gibbsite thermal activation products. *Izvestiya Sankt-Peterburgskogo gosudarstvennogo tekhnologicheskogo instituta (Tekhnicheskogo universiteta)*, 2018, no. 46 (72), pp. 16–21.
15. Tambasova D.P., Lyubyakina P.N., Antonov D.O., Kovaleva E.G. Heterogeneous catalysts based on gamma-alumina with immobilized xylanase for the hydrolytic decomposition of xylan. *Vestnik Yuzhno-Ural'skogo gosudarstvennogo universiteta. Ser.: Food and Biotechnology*, 2021, vol. 9, no. 1, pp. 57–67. DOI: 10.14529/food210107.
16. Chan S.S., Wachs I.E., Murrell L.L. et al. Laser Raman characterization of tungsten oxide supported on alumina: influence of calcination temperatures. *Journal of Catalysis*, 1985, vol. 92, is. 1, pp. 1–10. DOI: 10.1016/0021-9517(85)90231-3.
17. 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.
18. Savritskiy A.N., Marakhovskiy P.S., Salimov I.E., Babashov V.G. Examination of the dependence of thermal conductivity on the density of a low-density thermal and sound insulation material based on glass fibers. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 3 (80), pp. 149–160. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 01, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-3-149-160.
19. Sudzhanskaya I.V., Lebedeva Yu.E., Vaganova M.L., Shchegoleva N.E. Parameters affecting on the ionic conductivity of solid electrolytes based on cerium dioxide. *Trudy VIAM*, 2025, no. 2 (144), pp. 60–73. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 01, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-1-60-73.
20. Besspalov A.S., Salimov I.E., Yudin A.V. Imparting highly hydrophobic properties to a high-porous ceramic material with low-concentration solutions of fluoroparaffin in a supercritical carbon dioxide environment. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 39–48. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 27, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-39-48.
21. Buznik V.M., Babashov V.G., Besspalov A.S. et al. Fundamental Research to Improve and Expand the Application Areas of Highly Porous Ceramic Materials. *The Role of Fundamental Research in the Implementation of Strategic Directions for the Development of Materials and Their Processing Technologies for the Period up to 2030*: Proc. of the V All-Rus. Sci. and Tech. Conf. Moscow, 2019, pp. 18–39.

22. Arutyunov V.S., Krylov O.V. *Organic Chemistry: Oxidative Transformations of Methane: A Textbook for Univ.* 2nd ed., cor. and rev. Moscow: Yurait, 2017, 371 p.
23. Rodrigues L.M.T.S., Silva R.B., Rocha M.G.C. et al. Partial oxidation of methane on Ni and Pd catalysts: influence of active phase and CeO₂ modification. *Catalysis Today*, 2012, vol. 197 (1), pp. 137–143.
24. Zeng S., Zhang X., Fu X. et al. Co/Ce_xZr_{1-x}O₂ solid-solution catalysts with cubic fluorite structure for carbon dioxide reforming of methane. *Applied Catalysis B*, 2013, vol. 136–137, pp. 308–316. DOI: 10.1016/j.apcatb.2013.02.019.
25. Chalupka K.A., Jozwiak W.K., Rynkowski J. et al. Partial oxidation of methane on Ni_xAlBEA and Ni_xSiBEA zeolite catalysts: Remarkable effect of preparation procedure and Ni content. *Applied Catalysis B*, 2014, vol. 146, pp. 227–236.
26. Isaeva E.A., Loktev A.S., Mukhin I.E., Besspalov A.S., Buznik V.M., Dedov A.G. New catalysts based on highly porous ceramic materials for processing gas and renewable raw materials in chemical oil refining products. *Abstracts of 14th conf. «Physicochemical problems of renewable energy»*. Chernogolovka, 2018, p. 105.
27. Voloshin Y.Z., Belaya I.G., Krämer R. *Cage metal complexes: clathrochelates revisited*. Heidelberg: Springer, 2017, 467 p. DOI: 10.1007/978-3-319-56420-3.
28. Dedov A.G., Voloshin Y.Z., Loktev A.S., Buznik V.M., Belov A.S., Besspalov A.S. New heterogeneous catalytic system based on highly porous ceramic materials modified with immobilized *d*-metal cage complexes for H₂ production from CH₄. *Mendeleev Communications*, 2019, vol. 29, no. 6, pp. 669–671. DOI: 10.1016/j.mencom.2019.11.022.
29. Dedov A.G., Loktev A.S., Ivanov V.K. et al. Selective oxidation of methane into syngas: catalysts based on cobalt and nickel. *Doklady akademii nauk*, 2015, vol. 461, no. 4, pp. 426–432.

Информация об авторах

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

Information about the authors

Aleksandr S. Besspalov, Head of Sector, 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 05.02.2026.
The article was submitted 11.12.2025; approved and accepted for publication after reviewing 05.02.2026.

Обзорная статья

УДК 544.47:661.898

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-118-128

КОМПЛЕКСНЫЕ СОЕДИНЕНИЯ ПАЛЛАДИЯ КАК КАТАЛИЗАТОРЫ ДЛЯ РЕАКЦИЙ КРОСС-СОЧЕТАНИЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ Часть 1. Реакция Соногаширы

Я.Б. Платонова¹, А.А. Леонов², В.А. Кириллова¹, С.В. Савилов¹

¹Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова», Москва, Россия; dekanat@chem.msu.ru

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

Аннотация. Систематизированы подходы к разработке гомогенных и гетерогенных каталитических систем на основе множества палладиевых комплексов для реакции Соногаширы. Особое внимание уделено стратегиям контролируемого высвобождения активных частиц металла, предотвращающим образование неактивной палладиевой черни. Показаны преимущества иммобилизации на магнитные носители, позволяющие проводить реакции в «мягких» условиях с возможностью многократного использования катализатора. Отмечен потенциал фталоцианиновых комплексов, позволяющих получать биологически активные соединения с высокими выходами продуктов.

Ключевые слова: реакция Соногаширы, биологически активные соединения, пинцерные комплексы, N-гетероциклические карбеновые комплексы палладия, фталоцианины, контролируемое высвобождение палладия

Для цитирования: Платонова Я.Б., Леонов А.А., Кириллова В.А., Савилов С.В. Комплексные соединения палладия как катализаторы для реакций кросс-сочетания для получения функциональных материалов. Часть 1. Реакция Соногаширы // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 118–128. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-118-128.

Review article

PALLADIUM COMPLEX COMPOUNDS AS CATALYSTS FOR CROSS-COUPPLING REACTIONS FOR OBTAINING FUNCTIONAL MATERIALS Part 1. Sonogashira reaction

Ya.B. Platonova¹, A.A. Leonov², V.A. Kirillova¹, S.V. Savilov¹

¹Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia; dekanat@chem.msu.ru

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

Abstract. The review systematizes approaches to the development of homogeneous and heterogeneous catalytic systems on the basis of a multitude of palladium complexes for the Sonogashira reaction. Strategies for the controlled release of active metal particles that prevent the formation of inactive palladium black are thoroughly covered. The advantages of immobilization on magnetic supports are shown, allowing reactions to be carried out under mild conditions

with the possibility of repeated use of the catalyst. The potential of phthalocyanine complexes, which allow obtaining biologically active compounds with high products yields, is noted.

Keywords: Sonogashira reaction, biologically active compounds, pincer complexes, N-heterocyclic carbene complexes of palladium, phthalocyanines, controlled palladium release

For citation: Platonova Ya.B., Leonov A.A., Kirillova V.A., Savilov S.V. Palladium complex compounds as catalysts for cross-coupling reactions for obtaining functional materials. Part 1. Sonogashira reaction. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 118–128. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-118-128.

Введение

Синтез углерод-углеродных связей посредством реакций кросс-сочетания, таких как реакции Соногаширы, Мизороки–Хека и Сузуки–Мияуры (рис. 1), представляет собой один из фундаментальных инструментов современной органической химии [1, 2]. Основное значение для этих процессов традиционно имеют катализаторы на основе переходных металлов, в частности палладий. В ходе реакций из так называемых прекатализаторов в реакционную смесь выделяются «безлигандные» частицы палладия, которые являются активными. Свободный палладий в виде частиц Pd^0 позволяет получать целевые продукты реакций, однако при этом необратимое высвобождение палладия и его осаждение в виде палладиевой черни приводят к снижению каталитической активности, загрязнению конечного продукта и даже потере катализатора в реакционной среде. Для решения этой проблемы предложена новая концепция: контролируемое и обратимое высвобождение палладия из макроциклических комплексов, что обеспечивает невысокую концентрацию металлических частиц, приводящих к образованию новых связей [3].

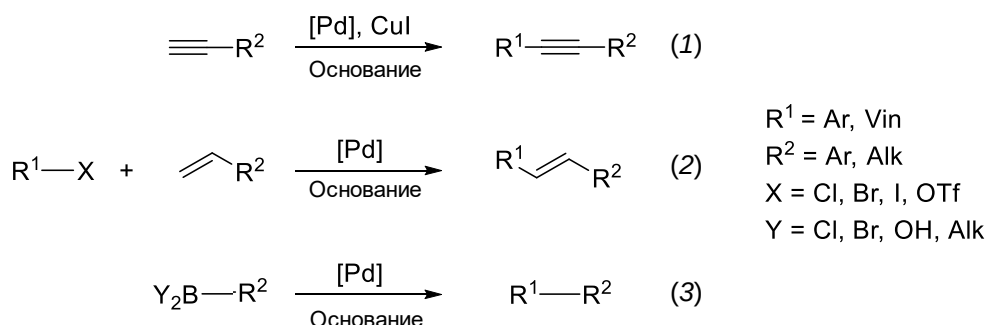


Рис. 1. Реакции Соногаширы (1), Мизороки–Хека (2) и Сузуки–Мияуры (3): Vin – винил; Alk – алкил; OTf – трифлат

В связи с этим актуальной задачей является разработка новых каталитических систем, обеспечивающих контролируемое высвобождение активных частиц палладия, высокую стабильность и возможность многократного использования. Современные исследования в этой области сосредоточены на двух основных стратегиях: создание высокостабильных гомогенных комплексов с прочной координацией металла и разработка эффективных гетерогенных катализаторов путем иммобилизации активных центров на различные носители.

В данном обзоре систематизированы и проанализированы последние достижения в области катализа реакций Сузуки–Мияуры, Мизороки–Хека и Соногаширы. Рассматриваются хелатные, пинцерные, N-гетероциклические карбеновые, порфириновые и фталоцианиновые комплексы палладия, анализируется влияние структуры лиганда и координационной сферы на каталитическую активность и стабильность. Оценивается

влияние иммобилизации на активность, селективность, возможность регенерации и минимизацию выщелачивания металла и проводится сопоставление эффективности гомогенных и гетерогенных катализаторов в разных типах реакций кросс-сочетания.

Цель обзора – выявление наиболее перспективных направлений в разработке эффективных и устойчивых палладиевых катализаторов, обеспечивающих проведение ключевых реакций образования углерод-углеродных связей в «мягких» условиях с высокими выходами продуктов и минимальным воздействием на окружающую среду.

Первая часть обзора посвящена реакции Соногаширы, открытой в 1975 г. [4], которая в общем случае при взаимодействии терминального алкина с арилгалогенидом в присутствии источника палладия как катализатора и, в отличие от реакций Сузуки–Мияуры и Мизороки–Хека, при наличии сокатализатора йодида меди (I) позволяет получить соединения, содержащие тройную углерод-углеродную связь. Арил- и винилацетилены являются структурными фрагментами многих природных веществ и биологически активных соединений [5, 6], а также ряда оптических и полупроводниковых материалов [7, 8]. Функциональные полимеры на их основе благодаря таким уникальным свойствам, как высокая оптическая активность и электропроводность, находят широкое применение в качестве «умных» материалов, химических датчиков, катализаторов различных процессов [9, 10]. Их используют для создания флуоресцентных узоров и функциональных покрытий [11–13], биовизуализации и в терапии [14].

Катализаторы реакции Соногаширы

Пинцерные комплексы

Пинцерные палладациклы, содержащие халькогены [15], изучены для реакции кросс-сочетания – реакции Соногаширы арилгалогенидов, содержащих заместители различной природы, с фенилацетиленом. Палладациклы с тридентатными CNX-лигандами оказались более эффективными катализаторами, чем комплексы с бидентатными NX-лигандами ($X = S, Se$). Снижение каталитической активности не наблюдали вплоть до восьмого цикла реакции сочетания. Отмечено образование наночастиц палладия *in situ* в процессе катализа, что свидетельствует о низкой стабильности комплексов в отсутствие сокатализатора йодида меди и инертной атмосферы при следующих условиях реакции: наличие диметилформамида (ДМФА) и карбоната калия, температура 90 °C.

Авторы работы [16] синтезировали палладиевые комплексы с несимметричными N, S/Se-пинцерными лигандами на основе 8-гидроксихинолина. Данные соединения проявили высокую каталитическую активность в реакции Соногаширы бромбензальдегида с фенилацетиленом в отсутствие йодида меди с загрузкой катализатора 0,5–1,0 % (мольн.) при 90 °C в ДМФА с карбонатом калия в качестве основания. Выходы целевых продуктов составили до 98 % для активированных арилбромидов и йодидов (4-бромбензонитрил, 4-бромнитробензол), а также до 72 % – для дезактивированных субстратов (4-броманизол). Комплекс с селеновым лигандом показал более высокую активность по сравнению с аналогом, содержащим атом серы, что подтверждено теорией функционала плотности (Density Functional Theory – DFT). Эксперименты с ртутной деактивацией и двухфазный тест подтвердили гомогенный механизм катализа через образование Pd^0 . Остальные два комплекса, содержащие серу, из-за низкой растворимости оказались неэффективными. Предложенный протокол отличается простотой, отсутствием токсичных сокатализаторов и материалов, возможностью проведения реакции на воздухе.

В работе [17] разработаны палладий-фосфин-илидные палладациклы в качестве высокоэффективных прекатализаторов для реакции кросс-сочетания арилгалогенидов с фенилацетиленом. Катализаторы демонстрируют высокие выходы продуктов

при экстремально низкой загрузке (0,001 % (мольн.)) и работают в отсутствие сокатализатора (CuI), на воздухе, при 130 °С в ДМФА с карбонатом калия в качестве основания. Выходы целевых диарилацетиленов составили до 95 % для активированных арилйодидов и бромидов, 70–76 % – для электронодефицитных арилхлоридов (4-хлорбензальдегид, 4-хлорацетофенон), 58–73 % – для дезактивированных хлоридов при загрузке катализатора 0,01 % (мольн.). Комплекс с объемным симметричным илидным лигандом проявил более высокую активность, чем с менее объемным лигандом. Циклическая вольтамперометрия подтвердила восстановление Pd (II) до Pd (0) в каталитическом цикле, причем ртутный тест указал на гомогенный характер катализа. Среди очевидных преимуществ разработанной каталитической системы можно отметить: сверхнизкое содержание палладия, отсутствие продуктов гомосочетания, устойчивость к воздуху и влаге, а также простоту использования.

Палладацикл, иммобилизованный на наночастицы магнетита, модифицированные олеиновой кислотой, использовали в качестве магнитного гетерогенного катализатора для реакции кросс-сочетания Соногаширы [18]. Применение данного материала позволило исключить соли меди (I) из каталитической системы и добиться оптимального количества катализатора 0,0005 ммоль (в пересчете на палладий), за счет чего снижается негативное влияние на окружающую среду. Кроме того, в ходе оптимизации параметров модельной реакции стало возможным проведение кросс-сочетания йодбензола с фенилацетиленом в этаноле и смесях воды с органическими растворителями. Установлено, что катализатор можно извлечь и повторно использовать без потери активности или выщелачивания палладия в реакционную среду.

Авторы работы [19] изготовили магнитный катализатор, представляющий собой имидазол-фосфиновый пинцерный лиганд, стабилизирующий палладий, закрепленный на частицах магнетита типа «ядро–оболочка» с помощью сшивки полиэтиленгликоля PEG 600 и модификанта поверхности частиц 3-(триэтоксисилил)пропилизотиоцианата (рис. 2). Катализатор продемонстрировал высокую активность при проведении реакции кросс-сочетания в водной среде, а также при каталитическом восстановлении 4-нитрофенола. Применение воды в качестве единственного растворителя позволило провести реакции в соответствии с принципами зеленой химии при 80–100 °С с выходами до 99 % и значениями частоты оборотов (Turnover Frequency – TOF) до 430 ч⁻¹. Катализатор сохранял активность в течение 8–10 циклов, обеспечивая высокие выходы целевых продуктов, а по окончании реакции легко выделялся с помощью магнита.

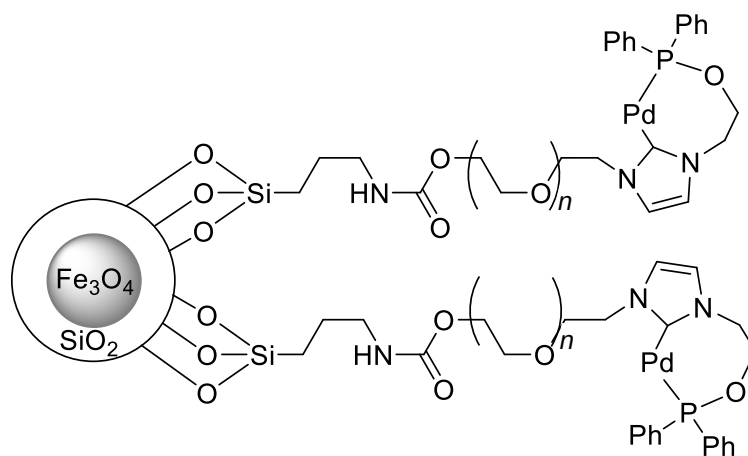


Рис. 2. Гетерогенный магнитный катализатор на основе имидазол-фосфинового пинцерного комплекса палладия: Ph – фенил

Гетерогенный катализатор на основе пинцерного комплекса палладия со связующим лигандом SeCSe, иммобилизованного на полистирольную матрицу, продемонстрировал высокую активность в реакции Соногаширы различных арилгалогенидов с терминальными алкинами в условиях, не требующих добавления меди [20]. Реакции проведены в среде N-метилпирролидона при 70 °С с использованием фторида тетрабутиламмония в качестве основания и 0,3 % (мольн.) катализатора, что позволило получить 1,2-дизамещенные алкины с выходами до 95 % для арилйодидов, до 91 % – для арилбромидов, до 56 % – для активированных арилхлоридов. Катализатор также успешно применялся для стереоселективного синтеза 1,3-енинов из β-бромстирола с преобладанием транс-изомера (рис. 3). Важным преимуществом является возможность легкого отделения катализатора и его повторного использования без значительной потери активности в течение не менее 6 циклов.

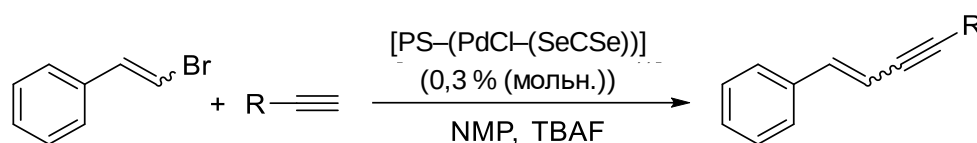


Рис. 3. Синтез 1,3-енинов из β-бромстирола: PS – полистирол; NMP – N-метил-2-пирролидон; TBAF – фторид тетрабутиламмония

Синтезированы три серии пинцерных комплексов палладия (II) на основе NCN-дииминных лигандов с различными заместителями в четвертом положении ароматического кольца: *трет*-бутилом (^tBu), водородом и нитрогруппой [21]. Каталитическая активность комплексов исследована в реакции Соногаширы на примере модельной реакции 3-нитробромбензола и фенилацетилена. Установлено, что каталитическая активность комплексов снижается в ряду NO₂ > H > ^tBu, причем комплекс с нитрогруппой в четвертом положении и метильными группами в анилиновых фрагментах проявил максимальную активность, обеспечив выход продукта 92 %. Рентгеноструктурный анализ нитро- и *трет*-бутилзамещенных комплексов выявил, что электроноакцепторная NO₂-группа приводит к укорочению связи Pd–C и усилению координации азота с палладием, что, по мнению авторов, облегчает стадию окислительного присоединения арилгалогенида в каталитическом цикле и объясняет более высокую активность нитрозамещенных комплексов. Наиболее оптимальные условия реакции, позволившие добиться наибольшего выхода, включали использование 1 % (мольн.) катализатора, ацетата калия в качестве основания, CuI в качестве сокатализатора и N, N-диметилацетамида в качестве растворителя при 90 °С.

Карбеновые комплексы

В работе [22] показана высокая активность N-гетероциклического карбенового комплекса палладия (II) на основе тетрадентатного лиганда с бензимидазольными и пиридиновыми фрагментами в реакции Соногаширы в среде, содержащей диоксан и воду, при 100 °С на воздухе. Использование низкой загрузки катализатора (0,1 % (мольн.)) в сочетании с основанием K₃PO₄·3H₂O позволило достичь высоких выходов диарилацетиленов – до 96 и 83 % для арилбромидов и активированных арилхлоридов соответственно. Вместо стандартного сокатализатора в виде соли меди (I) использован тетрабутиламмоний бромид, что делает синтез экологически чище. Сочетание низкой загрузки катализатора, «мягких» условий, возможности работы на воздухе и использования водосодержащего растворителя делает данный комплекс перспективным и практичным для применения в каталитических системах.

Поли(N-гетероциклический карбеновый Pd (II) комплекс), иммобилизованный на наночастицы диоксида кремния (рис. 4), исследовали в трех реакциях кросс-сочетания – Сузуки–Мияуры, Мизороки–Хека и Соногаширы [23]. Выходы реакции сочетания арилгалогенидов с фенилацетиленом без йодида меди в присутствии основания триэтиламина в водной среде при 90 °С достигли 83–92 %, более того, продолжительность реакций составила 9–22 мин. Полученный материал удалось использовать в реакции йодбензола с фенилацетиленом до 8 раз без существенной потери каталитической активности. Вещество извлекали из реакционной среды и промывали перед последующим использованием, причем вымывание палладия суммарно составило 4,5 % за все 8 циклов использования.

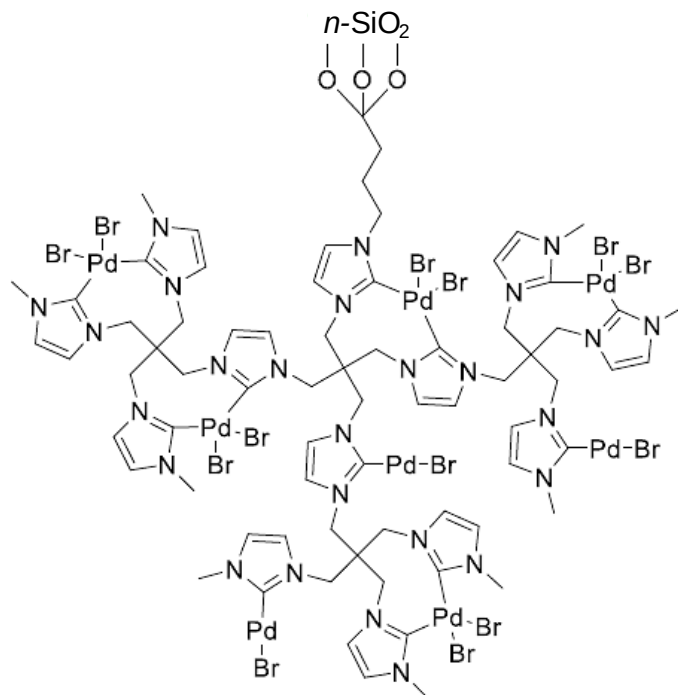


Рис. 4. Гетерогенный поли(N-гетероциклический карбеновый комплекс палладия)

Фталоцианиновые комплексы

Впервые в качестве гомогенных катализаторов реакции Соногаширы применены палладиевые комплексы фталоцианинов [24]. Изучены четыре октаалкокси- и октафеноксизамещенных фталоцианиновых комплекса, а также тетрафенилпорфирин. Наибольшую активность проявил палладиевый комплекс октафеноксифталоцианина, который в сочетании с CuI в качестве сокатализатора и триэтиламина в качестве основания в среде тетрагидрофурана при комнатной температуре обеспечивал кросс-сочетание различных пара-замещенных арилбромидов с фенилацетиленом с выходами до 72 % всего за 8 ч. Ключевым преимуществом данной каталитической системы является реализация процесса в исключительно «мягких» условиях (25 °С) без использования трифенилфосфина или высоких температур. Авторы объясняют высокую эффективность макроциклических комплексов фталоцианинов новой концепцией «медленного высвобождения» палладия из координационно-насыщенного макроцикла, что предотвращает агрегацию металла в неактивные частицы палладия и обеспечивает постоянное присутствие в растворе низких концентраций высокоактивных видов палладия.

Та же группа авторов получила и предложила в качестве высокоэффективных катализаторов реакции Соногаширы палладиевые комплексы тетракис-*трет*-бутил- и несимметричных АЗВ-фталоцианинов [25]. Наибольшую активность проявил палладиевый комплекс нитро-три-*трет*-бутилзамещенного фталоцианина (рис. 5), который при комнатной температуре обеспечил кросс-сочетание различных пара-замещенных арилбромидов с фенилацетиленом с выходами до 98 % всего за 6 ч. Примечательно, что высокая активность катализаторов сохранялась и для менее активных арилхлоридов, что ранее не демонстрировалось для аналогичных систем.

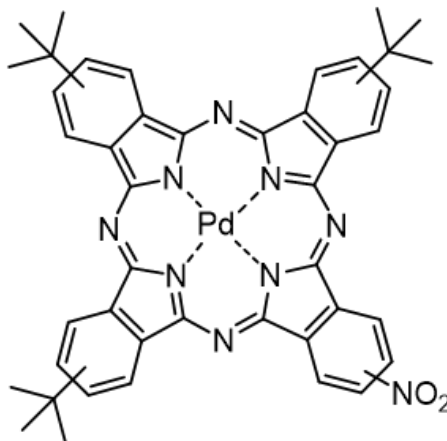


Рис. 5. 2(3)-нитро-9(10), 16(17), 23(24)-три-*трет*-бутилфталоцианин палладия (II)

Известен пример использования фталоцианиновых комплексов палладия (II) для получения биологически активных веществ [26]. Новые 5-алкинилзамещенные производные уридина проявляют высокую антимикобактериальную активность. Тетракис-*трет*-бутилзамещенный фталоцианин палладия (0,5 % (мольн.)) позволил получить серию соединений с выходами 71–80 % при комнатной температуре. Данная работа демонстрирует перспективы для эффективного синтеза биологически активных соединений в «мягких» условиях за счет применения фталоцианинов в качестве катализаторов реакций кросс-сочетания.

Заключения

Проведенный анализ научно-технической литературы позволяет сделать ряд обобщающих выводов и выявить современные тренды применения палладиевых комплексов различной природы в реакции кросс-сочетания Соногаширы. За последние 10 лет произошла эволюция каталитических систем в сторону зеленой химии. Современные исследования демонстрируют устойчивую тенденцию к отказу от токсичных сокатализаторов (солей меди), использованию экологически безопасных растворителей (вода, этанол, смеси с водой) и проведению реакций на воздухе.

Важно отметить, что на каталитическую активность влияет структура лиганда. Введение электроноакцепторных заместителей (например, нитрогруппы) облегчает стадию окислительного присоединения за счет усиления координации металла с лигандом, что закономерно повышает выход целевых продуктов.

Существуют проблемы со стабильностью и рециклизацией катализаторов, которые решаются гетерогенизацией комплексов, причем подложка также может иметь функциональные особенности, например обладать магнитными свойствами. Имобилизация палладиевых пинцерных и карбеновых комплексов на магнитные наночастицы

(образование структур «ядро–оболочка» с магнетитом) или полистирольную матрицу обеспечивает легкое отделение катализатора от реакционной смеси с помощью магнита или фильтрации, а также его многократное использование (до 8–10 циклов) без существенной потери активности.

Показана уникальность фталоцианиновых комплексов палладия (II), которые впервые применены в качестве гомогенных катализаторов реакции Соногаширы, что позволило провести процесс в исключительно «мягких» условиях (25 °С, без фосфиновых лигандов). Высокая эффективность этих систем объясняется концепцией «медленного высвобождения» палладия из координационно-насыщенного макроцикла, что предотвращает агломерацию металла.

Направленное варьирование структуры лиганда (пинцерные, карбеновые, фталоцианиновые), а также выбор подходящей стратегии иммобилизации позволяют гибко настраивать каталитическую систему реакции Соногаширы, достигая высокой активности, стабильности и соответствия требованиям зеленой химии.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (Проект № 24-73-00147).

Список источников

1. Wang D., Gao S. Sonogashira coupling in natural product synthesis // *Organic Chemistry Frontiers*. 2014. Vol. 1. No. 5. P. 556–566. DOI: 10.1039/C3QO00086A.
2. Yan F., Zhang X., Li D. et al. Recent applications of the Sonogashira reaction in the synthesis of drugs and their derivatives: A review // *Applied Organometallic Chemistry*. 2025. Vol. 39. No. 1. P. e7932. DOI: 10.1002/aoc.7932.
3. Röhlich C., Köhler K. Macrocyclic Palladium(II) Complexes in C–C Coupling Reactions: Efficient Catalysis by Controlled Temporary Release of Active Species // *Advanced Synthesis & Catalysis*. 2010. Vol. 352. No. 13. P. 2263–2274. DOI: 10.1002/adsc.201000458.
4. Sonogashira K., Tohda Y., Hagihara N. A convenient synthesis of acetylenes: catalytic substitutions of acetylenic hydrogen with bromoalkenes, iodoarenes and bromopyridines // *Tetrahedron letters*. 1975. Vol. 16. No. 50. P. 4467–4470. DOI: 10.1016/S0040-4039(00)91094-3.
5. Johar M., Manning T., Tse C. et al. Growth Inhibition of *Mycobacterium bovis*, *Mycobacterium tuberculosis* and *Mycobacterium avium* *In Vitro*: Effect of 1- α -D-2'-Arabinofuranosyl and 1-(2'-Deoxy-2'-fluoro- α -D-2'-ribofuranosyl) Pyrimidine Nucleoside Analogs // *Journal of Medicinal Chemistry*. 2007. Vol. 50. P. 3696–3705. DOI: 10.1021/jm0703901.
6. Shakya N., Srivastav N.C., Desroches N. et al. 3'-Bromo Analogues of Pyrimidine Nucleosides as a New Class of Potent Inhibitors of *Mycobacterium tuberculosis* // *Journal of Medicinal Chemistry*. 2010. Vol. 53. P. 4130–4140. DOI: 10.1021/jm100165w.
7. Долгова Е.В. Применение материалов на основе циановых эфиров (обзор). Часть 2. Микроэлектроника, 3D-печать, защита от ионизирующего излучения // *Труды ВИАМ*. 2023. № 1 (119). С. 139–156. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.04.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-139-156.
8. Seri M., Marrocchi A. The carbon–carbon triple bond as a tool to design organic semiconductors for photovoltaic applications: an assessment of prospects and challenges // *Journal of Materials Chemistry C*. 2021. Vol. 9. No. 45. P. 16164–16186. DOI: 10.1039/D1TC02958D.
9. Любимова А.С., Ткачук А.И., Кузнецова П.А. Полимеры с памятью формы на основе эпоксидных смол // *Труды ВИАМ*. 2024. № 4 (134). С. 50–63. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.04.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-4-50-63.
10. Беспалов А.С., Салимов И.Э., Юдин А.В. Придание высоких гидрофобных свойств высокопористому керамическому материалу низкоконтрированными растворами фторпарафина в среде сверхкритического диоксида углерода // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 1 (78). С. 39–48. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 06.04.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-39-48.

11. Silvestri F., Marrocchi A. Acetylene-based materials in organic photovoltaics // *International journal of molecular sciences*. 2010. Vol. 11. No. 4. P. 1471–1508. DOI: 10.3390/ijms11041471.
12. Марченко С.А., Железняк В.Г., Кузнецова В.А. Применение и модификация частиц для создания супергидрофобных покрытий (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2023. № 5 (123). С. 94–110. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.04.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-5-94-110.
13. Марченко С.А., Железняк В.Г., Кузнецова В.А., Тимошина Е.А. Зависимость адгезии льда от гидрофобных свойств полимерных покрытий, нанесенных способом пневматического распыления // *Труды ВИАМ*. 2024. № 2 (132). С. 76–83. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 06.04.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-76-83.
14. He B., Huang J., Liu X. et al. Polymerizations of activated alkynes // *Progress in Polymer Science*. 2022. Vol. 126. P. 101503. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2022.101503.
15. Bhaskar R., Sharma A.K., Yadav M.K., Singh A.K. Sonogashira (Cu and amine free) and Suzuki coupling in air catalyzed via nanoparticles formed in situ from Pd(II) complexes of chalcogenated Schiff bases of 1-naphthaldehyde and their reduced forms // *Dalton Transactions*. 2017. Vol. 46. P. 15235–15248. DOI: 10.1039/c7dt02701j.
16. Kumar S., Saleem F., Mishra M.K., Singh A.K. Oxine based unsymmetrical (O, N, S/Se) pincer ligands and their palladium(II) complexes: synthesis, structural aspects and applications as a catalyst in amine and copper-free Sonogashira coupling // *New Journal of Chemistry*. 2017. Vol. 41. P. 2745–2755. DOI: 10.1039/c7nj00067g.
17. Sabounchei S.J., Ahmadi M., Nasri Z. et al. Palladium(II) phosphine–ylide complexes as highly efficient pre-catalysts in additive- and amine-free Sonogashira coupling reactions performed under aerobic and low Pd loading conditions // *Tetrahedron Letters*. 2013. Vol. 54. P. 4656–4660. DOI: 10.1016/j.tetlet.2013.06.064.
18. Karami K., Najvani S.D., Naeini N.H., Herve P. Palladium particles from oxime-derived palladacycle supported on Fe₃O₄/oleic acid as a catalyst for the copper-free Sonogashira cross-coupling reaction // *Chinese Journal of Catalysis*. 2015. Vol. 36. P. 1047–1053. DOI: 10.1016/S1872-2067(15)60837-3.
19. Bahadorikhalili S., Ma'mani L., Mahdavi H., Shafiee A. Palladium catalyst supported on PEG-ylated imidazolium based phosphinite ionic liquid-modified magnetic silica core–shell nanoparticles: a worthy and highly water-dispersible catalyst for organic reactions in water // *RSC Advanced*. 2015. Vol. 5. P. 71297–71305. DOI: 10.1039/C5RA12747E.
20. Mohammadi E., Movassagh B. A polystyrene supported [PdCl–(SeCSe)] complex: a novel, reusable and robust heterogeneous catalyst for the Sonogashira synthesis of 1,2-disubstituted alkynes and 1,3-enynes // *New Journal of Chemistry*. 2018. Vol. 42. P. 11471–11479. DOI: 10.1039/c8nj01042k.
21. Zhang J.-H., Li P., Hu W.-P., Wang H.-X. Substituent effect of diiminopalladium(II) pincer complexes on the catalysis of Sonogashira coupling reaction // *Polyhedron*. 2015. Vol. 96. P. 107–112. DOI: 10.1016/j.poly.2015.04.031.
22. Liu Q.-X., Cai K.-Q., Zhao Z.-X. Synthesis, structure and catalysis of a NHC–Pd(II) complex based on a tetradentate mixed ligand // *RSC Advanced*. 2015. Vol. 5. P. 85568–85578. DOI: 10.1039/C5RA11089K.
23. Khajehzadeh M., Moghadam M. A new poly(N-heterocyclic carbene Pd complex) immobilized on nano silica: An efficient and reusable catalyst for Suzuki–Miyaura, Sonogashira and Heck–Mizoroki C–C coupling reactions // *Journal of Organometallic Chemistry*. 2018. Vol. 863. P. 60–69. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2018.03.030.
24. Platonova Y.B., Volov A.N., Tomilova L.G. Palladium(II) octaalkoxy- and octaphenoxyphthalocyanines: Synthesis and evaluation as catalysts in the Sonogashira reaction // *Journal of Catalysis*. 2019. Vol. 373. P. 222–227. DOI: 10.1016/j.jcat.2019.04.003.
25. Platonova Y.B., Volov A.N., Tomilova L.G. Palladium(II) phthalocyanines efficiently promote phosphine-free Sonogashira cross-coupling reaction at room temperature // *Journal of Catalysis*. 2020. Vol. 391. P. 224–228. DOI: 10.1016/j.jcat.2020.08.019.
26. Volov A.N., Volov N.A., Platonova Y.B. Design and synthesis of novel 5-alkynyl pyrimidine nucleosides derivatives: Influence of C-6-substituent on antituberculosis activity // *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*. 2021. Vol. 48. P. 128261. DOI: 10.1016/j.bmcl.2021.128261.

References

1. Wang D., Gao S. Sonogashira coupling in natural product synthesis. *Organic Chemistry Frontiers*, 2014, vol. 1, no. 5, pp. 556–566. DOI: 10.1039/C3QO00086A.
2. Yan F., Zhang X., Li D. et al. Recent applications of the Sonogashira reaction in the synthesis of drugs and their derivatives: A review. *Applied Organometallic Chemistry*, 2025, vol. 39, no. 1, p. e7932. DOI: 10.1002/aoc.7932.
3. Röhlich C., Köhler K. Macrocyclic Palladium(II) Complexes in C–C Coupling Reactions: Efficient Catalysis by Controlled Temporary Release of Active Species. *Advanced Synthesis & Catalysis*, 2010, vol. 352, no. 13, pp. 2263–2274. DOI: 10.1002/adsc.201000458.
4. Sonogashira K., Tohda Y., Hagihara N. A convenient synthesis of acetylenes: catalytic substitutions of acetylenic hydrogen with bromoalkenes, iodoarenes and bromopyridines. *Tetrahedron letters*, 1975, vol. 16, no. 50, pp. 4467–4470. DOI: 10.1016/S0040-4039(00)91094-3.
5. Johar M., Manning T., Tse C. et al. Growth Inhibition of *Mycobacterium bovis*, *Mycobacterium tuberculosis* and *Mycobacterium avium* In Vitro: Effect of 1- α -D-2'-Arabinofuranosyl and 1-(2'-Deoxy-2'-fluoro- α -D-2'-ribofuranosyl) Pyrimidine Nucleoside Analogs. *Journal of Medicinal Chemistry*, 2007, vol. 50, pp. 3696–3705. DOI: 10.1021/jm0703901.
6. Shakya N., Srivastav N.C., Desroches N. et al. 3'-Bromo Analogues of Pyrimidine Nucleosides as a New Class of Potent Inhibitors of *Mycobacterium tuberculosis*. *Journal of Medicinal Chemistry*, 2010, vol. 53, pp. 4130–4140. DOI: 10.1021/jm100165w.
7. Dolgova E.V. Application of cyanate ester materials. Part 2. Microelectronics, 3D printing, radiation protection. *Trudy VIAM*, 2023, no. 1 (119), pp. 139–156. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 06, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-1-139-156.
8. Seri M., Marrocchi A. The carbon–carbon triple bond as a tool to design organic semiconductors for photovoltaic applications: an assessment of prospects and challenges. *Journal of Materials Chemistry C*, 2021, vol. 9, no. 45, pp. 16164–16186. DOI: 10.1039/D1TC02958D.
9. Lyubimova A.S., Tkachuk A.I., Kuznetsova P.A. Shape memory epoxy polymers. *Trudy VIAM*, 2024, no. 4 (134), pp. 50–63. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 06, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-4-50-63.
10. Bespalov A.S., Salimov I.E., Yudin A.V. Imparting highly hydrophobic properties to a high-porous ceramic material with low-concentration solutions of fluoroparaffin in a supercritical carbon dioxide environment. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 1 (78), pp. 39–48. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: April 06, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-1-39-48.
11. Silvestri F., Marrocchi A. Acetylene-based materials in organic photovoltaics. *International journal of molecular sciences*, 2010, vol. 11, no. 4, pp. 1471–1508. DOI: 10.3390/ijms11041471.
12. Marchenko S.A., Zheleznyak V.G., Kuznetsova V.A. Application and modification of particles to create superhydrophobic coatings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 5 (123), pp. 94–110. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 06, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-5-94-110.
13. Marchenko S.A., Zheleznyak V.G., Kuznetsova V.A., Timoshina E.A. Dependence of ice adhesion on the hydrophobic properties of polymer coatings, applied of pneumatic spraying method. *Trudy VIAM*, 2024, no. 2 (132), pp. 76–83. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: April 06, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-2-76-83.
14. He B., Huang J., Liu X. et al. Polymerizations of activated alkynes. *Progress in Polymer Science*, 2022, vol. 126, p. 101503. DOI: 10.1016/j.progpolymsci.2022.101503.
15. Bhaskar R., Sharma A.K., Yadav M.K., Singh A.K. Sonogashira (Cu and amine free) and Suzuki coupling in air catalyzed via nanoparticles formed in situ from Pd(II) complexes of chalcogenated Schiff bases of 1-naphthaldehyde and their reduced forms. *Dalton Transactions*, 2017, vol. 46, pp. 15235–15248. DOI: 10.1039/c7dt02701j.
16. Kumar S., Saleem F., Mishra M.K., Singh A.K. Oxine based unsymmetrical (O, N, S/Se) pincer ligands and their palladium(II) complexes: synthesis, structural aspects and applications as a catalyst in amine and copper-free Sonogashira coupling. *New Journal of Chemistry*, 2017, vol. 41, pp. 2745–2755. DOI: 10.1039/c7nj00067g.

17. Sabounchei S.J., Ahmadi M., Nasri Z. et al. Palladium(II) phosphine–ylide complexes as highly efficient pre-catalysts in additive- and amine-free Sonogashira coupling reactions performed under aerobic and low Pd loading conditions. *Tetrahedron Letters*, 2013, vol. 54, pp. 4656–4660. DOI: 10.1016/j.tetlet.2013.06.064.
18. Karami K., Najvani S.D., Naeini N.H., Herves P. Palladium particles from oxime-derived palladacycle supported on Fe₃O₄/oleic acid as a catalyst for the copper-free Sonogashira cross-coupling reaction. *Chinese Journal of Catalysis*, 2015, vol. 36, pp. 1047–1053. DOI: 10.1016/S1872-2067(15)60837-3.
19. Bahadorikhalili S., Ma'mani L., Mahdavi H., Shafiee A. Palladium catalyst supported on PEG-ylated imidazolium based phosphinite ionic liquid-modified magnetic silica core–shell nanoparticles: a worthy and highly water-dispersible catalyst for organic reactions in water. *RSC Advanced*, 2015, vol. 5, pp. 71297–71305. DOI: 10.1039/C5RA12747E.
20. Mohammadi E., Movassagh B. A polystyrene supported [PdCl–(SeCSe)] complex: a novel, reusable and robust heterogeneous catalyst for the Sonogashira synthesis of 1,2-disubstituted alkynes and 1,3-enynes. *New Journal of Chemistry*, 2018, vol. 42, pp. 11471–11479. DOI: 10.1039/c8nj01042k.
21. Zhang J.-H., Li P., Hu W.-P., Wang H.-X. Substituent effect of diiminopalladium(II) pincer complexes on the catalysis of Sonogashira coupling reaction. *Polyhedron*, 2015, vol. 96, pp. 107–112. DOI: 10.1016/j.poly.2015.04.031.
22. Liu Q.-X., Cai K.-Q., Zhao Z.-X. Synthesis, structure and catalysis of a NHC–Pd(II) complex based on a tetradentate mixed ligand. *RSC Advanced*, 2015, vol. 5, pp. 85568–85578. DOI: 10.1039/C5RA11089K.
23. Khajezadeh M., Moghadam M. A new poly(N-heterocyclic carbene Pd complex) immobilized on nano silica: An efficient and reusable catalyst for Suzuki–Miyaura, Sonogashira and Heck–Mizoroki C–C coupling reactions. *Journal of Organometallic Chemistry*, 2018, vol. 863, pp. 60–69. DOI: 10.1016/j.jorganchem.2018.03.030.
24. Platonova Y.B., Volov A.N., Tomilova L.G. Palladium(II) octaalkoxy- and octaphenoxypthalocyanines: Synthesis and evaluation as catalysts in the Sonogashira reaction. *Journal of Catalysis*, 2019, vol. 373, pp. 222–227. DOI: 10.1016/j.jcat.2019.04.003.
25. Platonova Y.B., Volov A.N., Tomilova L.G. Palladium(II) phthalocyanines efficiently promote phosphine-free Sonogashira cross-coupling reaction at room temperature. *Journal of Catalysis*, 2020, vol. 391, pp. 224–228. DOI: 10.1016/j.jcat.2020.08.019.
26. Volov A.N., Volov N.A., Platonova Y.B. Design and synthesis of novel 5-alkynyl pyrimidine nucleosides derivatives: Influence of C-6-substituent on antituberculosis activity. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 2021, vol. 48, p. 128261. DOI: 10.1016/j.bmcl.2021.128261.

Информация об авторах

Платонова Яна Борисовна, научный сотрудник, к.х.н., МГУ им. М.В. Ломоносова, dekanat@chem.msu.ru

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

Кириллова Валерия Арамовна, аспирант, МГУ им. М.В. Ломоносова, dekanat@chem.msu.ru

Савилов Сергей Вячеславович, ведущий научный сотрудник, д.х.н., доцент, МГУ им. М.В. Ломоносова, dekanat@chem.msu.ru

Information about the authors

Yana B. Platonova, Researcher, Candidate of Sciences (Chem.), Lomonosov Moscow State University, dekanat@chem.msu.ru

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

Valeria A. Kirillova, Graduate Student, Lomonosov Moscow State University, dekanat@chem.msu.ru

Sergey V. Savilov, Leading Researcher, Doctor of Sciences (Chem.), Associate Professor, Lomonosov Moscow State University, dekanat@chem.msu.ru

Статья поступила в редакцию 05.05.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 08.05.2026.

The article was submitted 05.05.2026; approved and accepted for publication after reviewing 08.05.2026.

Научная статья

УДК 629.7.023.222:632.15

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-129-140

ТОКСИЧНОСТЬ МИКРОЧАСТИЦ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ***Часть 2. Процессы деградации и механизмы токсического воздействия**А.Б. Лаптев¹, Г.Г. Матишов², Н.И. Булышева², А.А. Кривушина¹, В.О. Старцев¹¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», Москва, Россия; admin@viam.ru²Федеральный исследовательский центр Южный научный центр Российской академии наук, Ростов-на-Дону, Россия; ssc-ras@ssc-ras.ru

Аннотация. Во второй части цикла статей проанализированы процессы деградации лакокрасочных покрытий и механизмы высвобождения токсичных компонентов. Рассмотрены ключевые факторы, вызывающие разрушение покрытий в процессе эксплуатации: климатические (температура, ультрафиолетовое излучение, влажность) и механические нагрузки. Детально описаны физико-химические механизмы повреждения, такие как осмотическое и электроосмотическое образование пузырей, приводящие к отслоению покрытий и выщелачиванию токсинов. Особое внимание уделено составу старых лакокрасочных покрытий, содержащих свинец, ртуть, кадмий и стойкие органические загрязнители. Показано, что при разрушении покрытий эти вещества попадают в воду и почву, создавая долговременные риски для экосистем и здоровья человека.

Ключевые слова: биоцид, деградация покрытий, лакокрасочные материалы, микропластик, пигмент, 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 2. Процессы деградации и механизмы токсического воздействия // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 129–140. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-129-140.

Scientific article

TOXICITY OF MICROPARTICLES OF PAINT COATINGS**Part 2. Degradation processes and mechanisms of toxic effects**А.Б. Laptev¹, G.G. Matishov², N.I. Bulysheva², A.A. Krivushina¹, V.O. Startsev¹¹Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific-Research Institute of Aviation Materials» of National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia; admin@viam.ru²Federal Research Center Southern Scientific Center of the Russian Academy of Sciences, Rostov-on-Don, Russia; ssc-ras@ssc-ras.ru

Abstract. The second part of the series of articles analyzes the degradation processes of paint coatings and the mechanisms of toxic components' release. The key factors of coating destruction during operation are considered: climatic (temperature, UV radiation, humidity) and mechanical loads. The physicochemical mechanisms of damage, such as osmotic and electroosmotic blistering, leading to coating detachment and leaching of toxins, are described in detail. Special attention is paid to the composition of old paint coatings containing lead, mercury, cadmium and other persistent organic pollutants (POPs). It has been shown that when coatings are destroyed, these substances enter the water and soil, creating long-term risks to ecosystems and human health.

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

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 5 (159), 2026.

For citation: Laptev A.B., Matishov G.G., Bulysheva N.I., Krivushina A.A., Startsev V.O. Toxicity of microparticles of paint coatings. Part 2. Degradation processes and mechanisms of toxic effects. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 129–140. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-129-140.

Введение

Деградация лакокрасочных покрытий (ЛКП) представляет собой сложный физико-химический процесс, приводящий к изменению структуры и свойств материала под воздействием различных факторов окружающей среды. Понимание механизмов деградации имеет особое значение для оценки рисков, связанных с высвобождением микропластика и токсичных компонентов ЛКП в окружающую среду. В отличие от других источников микропластика, частицы ЛКП характеризуются сложным химическим составом и наличием значительного количества добавок, многие из которых обладают выраженной токсичностью.

Процессы старения и разрушения покрытий начинаются сразу после их нанесения и продолжают на протяжении всего срока эксплуатации. Интенсивность этих процессов зависит от множества факторов: химического состава покрытия, условий эксплуатации, климатических параметров и механических нагрузок. Результатом деградации является не только ухудшение защитных и декоративных свойств покрытия, но и образование микро- и наночастиц, которые могут попадать в окружающую среду и включаться в биологические циклы.

Особую опасность представляют процессы, приводящие к высвобождению токсичных компонентов, входящих в состав покрытий. К ним относятся тяжелые металлы (свинец, кадмий, ртуть, хром), стойкие органические загрязнители (полихлорированные дифенилы, перфторалкильные и полифторалкильные соединения), различные биоциды и пластификаторы. Многие из этих веществ обладают кумулятивными свойствами и способны накапливаться в тканях живых организмов, вызывая различные нарушения, включая эндокринные заболевания, нейротоксичность и канцерогенез.

Климатические и эксплуатационные факторы разрушения

В условиях эксплуатации материалы конструктивных элементов, агрегатов и узлов подвергаются воздействию комплекса климатических факторов [1]: температурных колебаний, влажности, атмосферного давления, атмосферных осадков, солнечной радиации, абразивных частиц, ветровых нагрузок. Кроме того, значительное влияние оказывают эксплуатационные нагрузки: знакопеременные механические напряжения, вибрационные воздействия, трение, циклическое давление, ударные нагрузки и иные виды механического нагружения [2].

Воздействие указанных факторов приводит к старению, деструкции и последующему разрушению полимерных и композиционных материалов. Наибольшей чувствительностью к климатическим воздействиям обладают эластомерные материалы, что обусловлено высокой подвижностью макромолекулярных цепей, ограниченной степенью поперечной сшивки и повышенной сегментарной подвижностью, обеспечивающих эластичность материала. Такие эластомеры, как резины и герметики, демонстрируют значительную вариабельность деградационного поведения в зависимости от химического состава и структуры [3, 4].

Широкий спектр функциональных характеристик и назначения полимерных композиционных материалов обуславливает необходимость классификации их склонности к старению по следующим критериям:

- реорганизация химических связей в полимерной матрице;
- деформационная устойчивость при механическом нагружении;

- образование дополнительных поперечных связей и возникновение внутренних напряжений;
- снижение адгезии на границе раздела «армирующий наполнитель–полимерная матрица»;
- поверхностная деструкция с последующей эрозией полимера (оголение армирующих элементов) и прогрессирующим ухудшением физико-механических характеристик [5].

Анализ устойчивости полимеров к деградации требует учета:

- молекулярной конфигурации (наличие двойных связей, ограничивающих сегментарную подвижность при термическом и механическом воздействии);
- способности к кристаллизации (стереорегулярность);
- молекулярной массы, определяющей не только уровень механических свойств, но и принадлежность к конкретному классу полимерных материалов.

На рисунке представлена схема доминирующих путей попадания ЛКП в окружающую среду.



Основные пути миграции микрочастиц лакокрасочного покрытия (ЛКП) в окружающую среду

Химическое воздействие и механизмы деградации

Полиолефины доминируют в производстве полимерной упаковки и представляют собой основной источник загрязнения морских экосистем микропластиком. Несмотря на химическую инертность самих олефиновых макромолекул, не вызывающих токсических эффектов у гидробионтов, полимерные композиты содержат

технологические добавки, модифицирующие эксплуатационные характеристики: стабилизаторы, пластификаторы, антипирены, пигменты и др. [6].

Ряд рецептурных компонентов пластиков при концентрациях 1000–50000 мг/кг демонстрирует выраженную токсикологическую опасность. Например, повышенные концентрации гексабромциклододекана обнаружены в устрицах из аквакультурных хозяйств, использующих буи из пенополистирола, содержащие данный антипирен [7]. Высокие уровни γ -изомера этого соединения, доминирующего в коммерческих смесях [8, 9], зафиксированы в рыбе из некоторых европейских акваторий [10], что свидетельствует о прямом пути попадания из полимерной матрицы наряду с воздействием на окружающую среду более стабильного α -изомера.

Исследование [11] подтвердило, что стойкие органические загрязнители мигрируют из проглоченного пластика в ткани животных, минуя трофическую цепь. Анализ специфических маркеров, присутствующих исключительно в пластике и жировых тканях буреветников, исключил альтернативные пути биоаккумуляции.

Авторы работы [12] установили, что кинетика сорбции/десорбции гидрофобных органических соединений зависит от физического состояния полимера. Материалы в стеклообразном состоянии, например поливинилхлорид (ПВХ), характеризуются более высокой сорбционной емкостью и замедленной десорбцией по сравнению с эластомерами (полиэтилен высокой плотности). Показана более высокая сорбционная активность полиэтилена относительно полипропилена для гидрофобных органических соединений [13–15].

Адсорбция загрязнителей на микропластике в сочетании с экстремальными условиями (низкие температуры, соленость, ограниченная кислородная проницаемость в донных отложениях) может повышать их персистентность, мобильность и миграцию между различными уровнями морской среды [16]. Локализация загрязнителей в нанопорах пластика ингибирует их биodeградацию [17]. Учитывая нелинейные дозозависимые эффекты и отсутствие четких порогов токсичности, воздействие многих гидрофобных органических соединений через пластиковые носители может быть сопоставимо с влиянием признанных стойких органических загрязнителей [18].

Частицы пластика из лакокрасочных покрытий

Ключевым отличием полимерных отходов от традиционных материалов (минеральных, металлических, целлюлозных) является пониженная плотность. Минеральные и металлические загрязнители преимущественно осаждаются в донные отложения, бумажные субстраты подвергаются биodeградации, пластиковые частицы демонстрируют пролонгированную миграцию в водной толще. Их распределение по глубине определяется плотностью полимерной матрицы, степенью биообрастания и гранулометрическим составом. Частицы субмикронного размера (≤ 1 мкм) во взвешенном состоянии могут находиться в атмосфере до 5–10 лет, а в водной среде – годами [19], что обеспечивает их биодоступность для всех пелагических организмов всех трофических уровней.

Рецептура ЛКП включает ряд регламентируемых добавок:

- хлорированные парафины [20] – антипиренные модификаторы;
- полихлорированные дифенилы и нафталины – компоненты ПВХ-покрытий, которые при абразивной обработке конструкций попадают в окружающую среду [21, 22];
- пер- и полифторированные соединения [23, 24], включая перфтороктансульфоновую и перфтороктановую кислоты.

Отмечено, что тетрабромбисфенол А подвергается деградации с образованием бисфенола А и диметилового эфира. Несмотря на быстрый метаболизм бисфенола А и фталатов *in vivo*, их концентрации вызывают специфические патологические изменения тканей даже при минимальной продолжительности воздействия.

Источниками загрязнения микропластиком также выступают:

- синтетические микроволокна в текстильных материалах;
- полимерные пропитки бумажной и картонной упаковки, обеспечивающие гидро- и жиронепроницаемость [25].

При деструкции волокнистые частицы данных материалов попадают в водную среду [26].

К химическим добавкам, вызывающим нарушение работы эндокринной системы, относятся:

- алкилфенолы (октилфенол, нонилфенол) – антиоксидантные стабилизаторы;
- бисфенол А – мономерный остаток в поликарбонатных пластиках;
- сложные эфиры фталевой кислоты (диэтилгексилфталат, диизодецилфталат, диизононилфталат, бензилбутилфталат) – пластификаторы, вводимые в концентрациях до 60 % (по массе) для регулирования гибкости, пластичности и долговечности;
- оловоорганические соединения (трибутилолово и др.) – термостабилизаторы для ПВХ-композиций [27, 28].

Обнаружена статистически значимая корреляция [27–29] содержания семи различных фталатов в биоптатах китообразных.

Хотя некоторые из указанных соединений не соответствуют формальным критериям персистентности согласно Стокгольмской конвенции о стойких органических загрязнителях (Приложение D), их постоянная миграция в морские экосистемы в составе полимерных матриц создает кумулятивный эффект, сопоставимый с воздействием признанных стойких органических загрязнителей. Постоянное увеличение объемов пластиковых отходов, попадающих в окружающую среду с городскими стоками, нивелирует их природную деградацию, а отдельные перфторированные соединения могут не разлагаться миллионы лет [30].

Современные тенденции включают разработку водно-дисперсионных красок с наноразмерными модификаторами, улучшающими функциональные характеристики покрытий [31]. Однако исследования кинетики высвобождения наночастиц в течение жизненного цикла таких материалов остаются крайне ограниченными.

Электроосмотический механизм повреждения лакокрасочных покрытий

В 1940-х гг. авторы работы [32] выявили, что пузыри на окрашенных панелях, погруженных в морскую воду, появлялись только после того, как на других участках покрытия начинался процесс образования пузырей и трещин. Сделан вывод, что такое образование пузырей вызвано электроосмосом.

Иногда этот процесс рассматривают как прохождение воды через полупроницаемую пленку под действием градиента электрического потенциала. Однако данное определение не совсем корректно. На самом деле градиент электрического потенциала вызывает миграцию ионов покрытия. Эти ионы имеют так называемую гидратационную оболочку, которая удерживает и увлажняет их. Когда ионы мигрируют через полупроницаемое покрытие под воздействием градиента потенциала, вода движется вместе с ними [33]. Согласно другой интерпретации этого эффекта [34], вода притягивается мигрирующими ионами за счет вязкого сопротивления и возникает эффект течения жидкости под действием разности электрических потенциалов.

Следует отметить, что во многих исследованиях, посвященных электроосмосу, используются такие элементы, как капилляры из стекла и кремнезема, пористые пробки из тонкодисперсных твердых частиц, ионообменные мембраны и даже слои почвы. Электроосмос предложено использовать в качестве средства удаления определенных загрязняющих веществ из насыщенной глины [35].

Образование пузырей в местах коррозии или в непосредственной близости от них также может происходить по катодному механизму [36]. При коррозии в основных или нейтральных условиях на катоде образуется гидроксильный ион (OH^-). Это приводит к локальному образованию сильнощелочных условий, при которых гидроксильные ионы задерживаются под пленкой покрытия. Щелочная среда может вызвать локальное расслоение пленки (образование пузырей) в результате повреждения либо связующего покрытия, либо металлической поверхности. Этот тип образования пузырей более распространен в покрытиях с низкой устойчивостью к высоким значениям pH, таких как алкиды или сложные полиэферы.

Особенности состава старых лакокрасочных покрытий

Издавна соединения свинца добавляли в краску или лак для обеспечения долговечности изделий [37]. Их высокая непрозрачность и склонность к равномерному распределению обеспечивают хорошее покрытие и высокую укрывистость. Такие ЛКП, как правило, прочны, устойчивы к царапинам, легко моются и устойчивы к воздействию воды, тепла, ультрафиолетового излучения, образованию плесени и коррозии.

Соединения свинца, содержащиеся в красках и лаках, включают белые пигменты; наполнители: основные формы карбоната, сульфата, силикатов, тетраоксид свинца и другие цветные антикоррозийные пигменты для грунтовки металлов, в том числе хромат и силикохромат свинца, монооксид свинца и/или мелкодисперсный металлический свинец зеленого и желтого цветов (хромат свинца с пигментом берлинской лазури/без него); осушители: нафтенаты, ацетаты и октоаты свинца (ускоряют образование пленки, катализируя полимеризацию связующего).

В конце XX в. ЕЭС предложило запретить использование карбоната и сульфата свинца в красках, поскольку свинец биоаккумулируется и является ядом для организма человека, животных и окружающей среды. Это нейротоксин, способный вызывать пожизненные, необратимые и неизлечимые повреждения мозга и нервной системы [38]. Свинец также может нарушать работу почек, приводя к гипертонии, и кроветворной системы, повреждая эритроциты и вызывая анемию. Эти и многие другие вредные эффекты хорошо задокументированы [39–43].

Однако свинец – не единственное токсичное вещество, которое можно обнаружить в красках или лаках. В слоях старых красок может содержаться смесь токсичных и тяжелых металлов и металлоидов, что приводит к значительному загрязнению окружающей среды различными металлами [44]. Кадмий запрещен в Великобритании в 1993 г., многие другие токсичные ингредиенты подлежат регулированию в ЕС с 2007 г. Хромат цинка, желтый сульфид кадмия, триоксид хрома, арсенат меди, дисульфид мышьяка, триоксид сурьмы, красный сульфоселенид кадмия и барит – все это возможные ингредиенты старых ЛКП. Не следует недооценивать токсичность и воздействие на окружающую среду этих и других ингредиентов. Одновременное воздействие нескольких тяжелых металлов может вызвать токсический эффект, который может быть аддитивным, антагонистическим или синергетическим [45, 46].

Ртуть добавляли в краску для обеспечения биоцидных и консервирующих эффектов. В сочетании со свинцом она может приводить к серьезным токсикологическим последствиям из-за предполагаемой синергетической токсичности этих элементов [47].

Кроме того, в текстурированных покрытиях и огнестойких красках может содержаться асбест [48].

Следует отметить, что Европейская директива 77/728/ЕЕС, введенная в действие в 1984 г., была направлена на последовательную и надежную маркировку, а не на запрет применения красок с высоким содержанием свинца. На этикетках должно было

содержаться предупреждение о том, что краска содержит свинец или любое другое известное токсичное вещество и не должна использоваться на поверхностях, которые могут быть доступны детям. Эти правила напрямую не повлияли на поставки и использование такой краски, и неофициальные продажи были потенциальной проблемой [49].

Грунтовки для дерева и металла, импортные краски и лаки для наружных работ не подлежали официальному регулированию, в то время как в бытовые декоративные глянцевые краски, грунтовочные покрытия и лаки по-прежнему добавляли осушители на основе свинца в концентрациях $<1\%$ [50]. Однако наличие дешевых альтернатив, таких как диоксид титана, безусловно, помогло сократить или исключить использование соединений на основе свинца в декоративных ЛКП для внутренних помещений.

Заключения

Процессы деградации ЛКП представляют собой сложный комплекс физико-химических явлений, приводящих к образованию микропластика и высвобождению токсичных компонентов. Климатические и эксплуатационные факторы действуют синергетически, ускоряя разрушение полимерной матрицы покрытий. Особую опасность представляют осмотические и электроосмотические механизмы образования пузырей, которые приводят к отслоению покрытий и интенсивному высвобождению содержащихся в них токсичных веществ. Покрытия, содержащие свинец, ртуть, кадмий и другие тяжелые металлы, продолжают оставаться значимым источником загрязнения окружающей среды, особенно в процессе их удаления и утилизации. Понимание механизмов деградации ЛКП необходимо для разработки эффективных мер по снижению их негативного воздействия на экосистемы и здоровье человека.

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. Каблов Е.Н., Старцев В.О., Лаптев А.Б. Старение полимерных композиционных материалов. М.: НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2023. 536 с.
2. 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.
3. 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.
4. 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.
5. Kablov E.N., Startsev V.O. Climatic Aging of Aviation Polymer Composite Materials: II. Development of Methods for Studying the Early Stages of Aging // Russian Metallurgy (Metally). 2020. Vol. 2020. No. 10. P. 1088–1094. DOI: 10.1134/S0036029520100110.
6. Plastic waste: ecological and human health impacts // Science for Environment Policy. Brussels: European Commission, 2011. 38 p.

7. Hong S.H., Jang M., Rani M. et al. Expanded polystyrene (EPS) buoy as a possible source of hexabromocyclododecanes (HBCDs) in the marine environment // *Organohalogen Compounds*. 2013. Vol. 75. P. 882–885.
8. Nakagawa R., Murata S., Ashizuka Y. et al. Hexabromocyclododecane determination in seafood samples collected from Japanese coastal areas // *Chemosphere*. 2010. Vol. 81. P. 445–452.
9. Becher G. The stereochemistry of 1, 2, 5, 6, 9, 10-hexabromocyclododecane and its graphic representation // *Chemosphere*. 2005. Vol. 58. P. 989–991.
10. 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. P. 772–783.
11. Tanaka K., Takada H., Yamashita R. et al. Accumulation of plastic-derived chemicals in tissues of seabirds ingesting marine plastics // *Marine Pollution Bulletin*. 2013. Vol. 69. No. 1–2. P. 219–222.
12. 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.
13. Mato Y., Takada H., Zakaria M.P. et al. Toxic chemicals contained in plastic resin pellets in the marine environment – spatial difference in pollutant concentrations and the effects of resin type // *Environmental science*. 2002. Vol. 15. P. 415–423.
14. 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.
15. Oehlmann J., Schulte-Oehlmann U., Kloas W. et al. A critical analysis of the biological impacts of plasticizers on wildlife // *Philosophical Transactions of the Royal Society B*. 2009. Vol. 364 (1526). P. 2047–2062. DOI: 10.1098/rstb.2008.0242.
16. Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: part two of a global assessment / ed. P.J. Kershaw, C.M. Rochman (GESAMP Reports and Studies. No. 93). London: International Maritime Organization, 2016. 220 p.
17. Hatzinger P.B., Alexander M. Biodegradation of organic compounds sequestered in organic solids or in nanopores within silica crystals // *Environmental Toxicology and Chemistry*. 1997. Vol. 16. P. 2215–2221.
18. Thresholds for endocrine disruptors and related uncertainties / ed. S. Munn, M. Goumenou. European Commission, Joint Research Centre, 2013. 84 p.
19. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures // *Environmental Sciences Europe*. 2018. Vol. 30. Art. 13.
20. Zhang Q., Wang J., Zhu J. et al. Assessment of the endocrine-disrupting effects of short-chain chlorinated paraffins in in vitro models // *Environment International*. 2016. Vol. 94. P. 43–50.
21. Jartun M., Ottesen R.T., Steinnes E. et al. Painted surfaces – important sources of polychlorinated biphenyls (PCBs) contamination to the urban and marine environment // *Environmental Pollution*. 2009. Vol. 157. No. 1. P. 295–302.
22. PCB in der Elbe – Eigenschaften, Vorkommen und Trends sowie Ursachen und Folgen der erhöhten Freisetzung im Jahr 2015 // ELSA. Hamburg: Behörde für Umwelt und Energie, 2016. 68 p.
23. Wang Z., DeWitt J., Higgins C. et al. A Never-ending story of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs)? // *Environmental Science and Technology*. 2017. Vol. 51. No. 5. P. 2508–2518.
24. Washington J.W., Ellington J., Jenkins T.M. et al. Degradability of an acrylate-linked, fluorotelomer polymer in soil // *Environmental Science and Technology*. 2009. Vol. 43. No. 17. P. 6617–6623.
25. Schaidler L., Balan S., Blum A. et al. Fluorinated Compounds in U.S. Fast Food Packaging // *Environmental Science and Technology Letters*. 2017. Vol. 4. P. 105–111.
26. Guerranti C., Ancora S., Bianchi N. Perfluorinated compounds in blood of *Caretta caretta* from the Mediterranean Sea // *Marine Pollution Bulletin*. 2013. Vol. 73. P. 98–101.
27. Кривушина А.А., Старцев В.О. Микромицеты-деструкторы полимерных материалов среди экстремофильных микроорганизмов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 1 (107). С. 123–134. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-123-134.

28. Hirai H., Takada H., Ogata Y. et al. Organic micropollutants in marine plastic debris from the open ocean and remote and urban beaches // *Marine Pollution Bulletin*. 2011. Vol. 62. No. 8. P. 1683–1692.
29. 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.
30. Baini M., Martellini T., Cincinelli A. et al. First detection of seven phthalate esters (PAEs) as plastic tracers in superficial neutonic/planktonic samples and cetacean blubber // *Analytical Methods*. 2016. Vol. 9 (9). DOI: 10.1039/c6ay02674e.
31. Zuin S., Massari A., Ferrari A. et al. Formulation effects on the release of silica dioxide nanoparticles from paint debris to water // *Science of The Total Environment*. 2014. Vol. 476–477. P. 29–34. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2014.01.029.
32. Kittleberger W.W., Elm A.C. Role of Electro-endosmosis in Water Absorption, Blistering, etc. of Peints // *Industrial and Engineering Chemistry*. 1947. Vol. 39. No. 7. P. 876–881.
33. Hamann C., Hamneet A., Vielstich W. *Electrochemistry*. New York: Plenum Press, 1998. 411 p.
34. Reiger P. *Electrochemistry*. London: Chapman & Hall, 1994. 73 p.
35. Shapiro A., Probststein R. Removal of contaminants from saturated clay by electro osmosis // *Environmental Science and Technology*. 1993. Vol. 27. No. 2. P. 283–291.
36. Hare C. Chemically Indused Degradation of Coating: Part 3. Pigments // *Journal of Protective Coatings and Linings*. 1998. Vol. 15. No. 3. P. 17–25.
37. Goldberg E.D. Emerging problems in the coastal zone for the twenty-first century // *Marine Pollution Bulletin*. 1995. Vol. 31. P. 152–158.
38. Jambeck J.R., Geyer R., Wilcox C. et al. Plastic waste inputs from land into the ocean // *Science*. 2015. Vol. 347. P. 768–771.
39. 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. 7. Art. 143. URL: <https://www.degruyterbrill.com/document/doi/10.1515/corrrev-2024-0143/html> (дата обращения: 27.11.2025). DOI: 10.1515/corrrev-2024-0143.
40. Knott L. Lead Poisoning // *Patient*. 2015. Vol. 12. P. 45–52.
41. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms // *Environmental Science and Technology*. 2010. Vol. 44. No. 24. P. 9571–9577.
42. Bellas J. Comparative toxicity of alternative antifouling biocides to embryos and larvae of marine invertebrates // *Science of The Total Environment*. 2006. Vol. 367. No. 2–3. P. 573–585. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2006.01.028.
43. Kar-Purkayastha I. Lead: ongoing public and occupational health issues in vulnerable populations: a case study // *Journal of Public Health*. 2012. Vol. 34. No. 2. P. 45–52.
44. Mielke H.W. Multiple metal contamination from house paints: consequences of power sanding and paint scraping in New Orleans // *Environmental Health Perspectives*. 2001. Vol. 109. No. 9. P. 45–52.
45. Tchounwou P.B. Heavy metal toxicity and the environment // *Molecular, Clinical and Environmental Toxicology* / ed. A. Luch. Basel: Springer, 2012. P. 133–164.
46. Hengstler J.G. Occupational exposure to heavy metals: DNA damage induction and DNA repair inhibition prove co-exposures to cadmium, cobalt and lead as more dangerous than hitherto expected // *Carcinogenesis*. 2003. Vol. 24. No. 1. P. 45–52.
47. Shubert J. Combined effects in toxicology – a rapid systematic testing procedure: cadmium, mercury and lead // *Journal of Toxicology & Environmental Health*. 1978. Vol. 4. No. 5–6. P. 45–52.
48. IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans. Lyon, 1989. Vol. 47: Occupational Exposures in Paint Manufacture and Painting. 324 p.
49. *Lead in the Environment*. London: HMSO, 1983. 156 p.
50. *Lead in the Environment – The Government Response to the Ninth Report of the Royal Commission on Environmental Pollution*. London: HMSO, 1983. 89 p.

References

1. Kablov E.N., Startsev V.O., Laptev A.B. *Aging of polymer composite materials*. Moscow: NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, 2023, 536 p.
2. 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.
3. 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.
4. 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.
5. Kablov E.N., Startsev V.O. Climatic Aging of Aviation Polymer Composite Materials: II. Development of Methods for Studying the Early Stages of Aging. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2020, vol. 2020, no. 10, pp. 1088–1094. DOI: 10.1134/S0036029520100110.
6. Plastic waste: ecological and human health impacts. *Science for Environment Policy*. Brussels: European Commission, 2011, 38 p.
7. Hong S.H., Jang M., Rani M. et al. Expanded polystyrene (EPS) buoy as a possible source of hexabromocyclododecanes (HBCDs) in the marine environment. *Organohalogen Compounds*, 2013, vol. 75, pp. 882–885.
8. Nakagawa R., Murata S., Ashizuka Y. et al. Hexabromocyclododecane determination in seafood samples collected from Japanese coastal areas. *Chemosphere*, 2010, vol. 81, pp. 445–452.
9. Becher G. The stereochemistry of 1, 2, 5, 6, 9, 10-hexabromocyclododecane and its graphic representation. *Chemosphere*, 2005, vol. 58, pp. 989–991.
10. 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.
11. Tanaka K., Takada H., Yamashita R. et al. Accumulation of plastic-derived chemicals in tissues of seabirds ingesting marine plastics. *Marine Pollution Bulletin*, 2013, vol. 69, no. 1–2, pp. 219–222.
12. 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.
13. Mato Y., Takada H., Zakaria M.P. et al. Toxic chemicals contained in plastic resin pellets in the marine environment – spatial difference in pollutant concentrations and the effects of resin type. *Environmental science*, 2002, vol. 15, pp. 415–423.
14. 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.
15. Oehlmann J., Schulte-Oehlmann U., Kloas W. et al. A critical analysis of the biological impacts of plasticizers on wildlife. *Philosophical Transactions of the Royal Society B*, 2009, vol. 364 (1526), pp. 2047–2062. DOI: 10.1098/rstb.2008.0242.
16. *Sources, fate and effects of microplastics in the marine environment: part two of a global assessment*. Ed. P.J. Kershaw, C.M. Rochman (GESAMP Reports and Studies, no. 93). London: International Maritime Organization, 2016, 220 p.
17. Hatzinger P.B., Alexander M. Biodegradation of organic compounds sequestered in organic solids or in nanopores within silica crystals. *Environmental Toxicology and Chemistry*, 1997, vol. 16, pp. 2215–2221.
18. *Thresholds for endocrine disrupters and related uncertainties*. Ed. S. Munn, M. Goumenou. European Commission, Joint Research Centre, 2013, 84 p.

19. Gallo F., Fossi C., Weber R. et al. Marine litter plastics and microplastics and their toxic chemicals components: the need for urgent preventive measures. *Environmental Sciences Europe*, 2018, vol. 30, art. 13.
20. Zhang Q., Wang J., Zhu J. et al. Assessment of the endocrine-disrupting effects of short-chain chlorinated paraffins in in vitro models. *Environment International*, 2016, vol. 94, pp. 43–50.
21. Jartun M., Ottesen R.T., Steinnes E. et al. Painted surfaces – important sources of polychlorinated biphenyls (PCBs) contamination to the urban and marine environment. *Environmental Pollution*, 2009, vol. 157, no. 1, pp. 295–302.
22. *PCB in der Elbe – Eigenschaften, Vorkommen und Trends sowie Ursachen und Folgen der erhöhten Freisetzung im Jahr 2015*. ELSA, Hamburg: Behörde für Umwelt und Energie, 2016, 68 p.
23. Wang Z., DeWitt J., Higgins C. et al. A Never-ending story of per- and polyfluoroalkyl substances (PFASs)? *Environmental Science and Technology*, 2017, vol. 51, no. 5, pp. 2508–2518.
24. Washington J.W., Ellington J., Jenkins T.M. et al. Degradability of an acrylate-linked, fluorotelomer polymer in soil. *Environmental Science and Technology*, 2009, vol. 43, no. 17, pp. 6617–6623.
25. Schaidler L., Balan S., Blum A. et al. Fluorinated Compounds in U.S. Fast Food Packaging. *Environmental Science and Technology Letters*, 2017, vol. 4, pp. 105–111.
26. Guerranti C., Ancora S., Bianchi N. Perfluorinated compounds in blood of *Caretta caretta* from the Mediterranean Sea. *Marine Pollution Bulletin*, 2013, vol. 73, pp. 98–101.
27. Krivushina A.A., Startsev V.O. Micromycetes-destroyers of polymeric materials among extremophilic microorganisms (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 1 (107), pp. 123–134. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-123-134.
28. Hirai H., Takada H., Ogata Y. et al. Organic micropollutants in marine plastic debris from the open ocean and remote and urban beaches. *Marine Pollution Bulletin*, 2011, vol. 62, no. 8, pp. 1683–1692.
29. 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.
30. Baini M., Martellini T., Cincinelli A. et al. First detection of seven phthalate esters (PAEs) as plastic tracers in superficial neotonic/planktonic samples and cetacean blubber. *Analytical Methods*, 2016, vol. 9 (9). DOI: 10.1039/c6ay02674e.
31. Zuin S., Massari A., Ferrari A. et al. Formulation effects on the release of silica dioxide nanoparticles from paint debris to water. *Science of The Total Environment*, 2014, vol. 476–477, pp. 29–34. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2014.01.029.
32. Kittleberger W.W., Elm A.C. Role of Electro-endosmosis in Water Absorption, Blistering, etc. of Paints. *Industrial and Engineering Chemistry*, 1947, vol. 39, no. 7, pp. 876–881.
33. Hamann C., Hamneet A., Vielstich W. *Electrochemistry*. New York: Plenum Press, 1998, 411 p.
34. Reiger P. *Electrochemistry*. London: Chapman & Hall, 1994, 73 p.
35. Shapiro A., Probst R. Removal of contaminants from saturated clay by electro osmosis. *Environmental Science and Technology*, 1993, vol. 27, no. 2, pp. 283–291.
36. Hare C. Chemically Induced Degradation of Coating: Part 3. Pigments. *Journal of Protective Coatings and Linings*, 1998, vol. 15, no. 3, pp. 17–25.
37. Goldberg E.D. Emerging problems in the coastal zone for the twenty-first century. *Marine Pollution Bulletin*, 1995, vol. 31, pp. 152–158.
38. Jambeck J.R., Geyer R., Wilcox C. et al. Plastic waste inputs from land into the ocean. *Science*, 2015, vol. 347, pp. 768–771.
39. 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. 7, art. 143. Available at: <https://www.degruyterbrill.com/document/doi/10.1515/corrrev-2024-0143/html> (accessed: November 27, 2025). DOI: 10.1515/corrrev-2024-0143.
40. Knott L. Lead Poisoning. *Patient*, 2015, vol. 12, pp. 45–52.

41. Kennedy A.J., Hull M.S., Bednar A.J. et al. Fractioning nanosilver: importance for determining toxicity to aquatic test organisms. *Environmental Science and Technology*, 2010, vol. 44, no. 24, pp. 9571–9577.
42. Bellas J. Comparative toxicity of alternative antifouling biocides to embryos and larvae of marine invertebrates. *Science of the total environment*, 2006, vol. 367, no. 2–3, pp. 573–585. DOI: 10.1016/j.scitotenv.2006.01.028.
43. Kar-Purkayastha I. Lead: ongoing public and occupational health issues in vulnerable populations: a case study. *Journal of Public Health*, 2012, vol. 34, no. 2, pp. 45–52.
44. Mielke H.W. Multiple metal contamination from house paints: consequences of power sanding and paint scraping in New Orleans. *Environmental Health Perspectives*, 2001, vol. 109, no. 9, pp. 45–52.
45. Tchounwou P.B. Heavy metal toxicity and the environment. *Molecular, Clinical and Environmental Toxicology*. Ed. A. Luch. Basel: Springer, 2012, pp. 133–164.
46. Hengstler J.G. Occupational exposure to heavy metals: DNA damage induction and DNA repair inhibition prove co-exposures to cadmium, cobalt and lead as more dangerous than hitherto expected. *Carcinogenesis*, 2003, vol. 24, no. 1, pp. 45–52.
47. Shubert J. Combined effects in toxicology – a rapid systematic testing procedure: cadmium, mercury and lead. *Journal of Toxicology & Environmental Health*, 1978, vol. 4, no. 5–6, pp. 45–52.
48. *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans*. Lyon, 1989, vol. 47: Occupational Exposures in Paint Manufacture and Painting, 324 p.
49. *Lead in the Environment*. London: HMSO, 1983, 156 p.
50. *Lead in the Environment – The Government Response to the Ninth Report of the Royal Commission on Environmental Pollution*. London: HMSO, 1983, 89 p.

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 the 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.

Обзорная статья

УДК 666.7

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-141-153

НАПОЛНИТЕЛИ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ДЛЯ СОЗДАНИЯ ИЗНОСОСТОЙКИХ ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ (обзор)

Е.А. Тимошина¹, В.А. Кузнецова¹, С.А. Марченко¹, В.Г. Железняк¹

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

Аннотация. Рассмотрены современное состояние и основные тенденции развития в области создания износостойких лакокрасочных покрытий, предназначенных для окраски интерьеров в авиации и строительстве. Обобщены основные принципы разработки износостойких лакокрасочных покрытий. Рассмотрены основные виды наполнителей, применяемых для получения износостойких лакокрасочных покрытий. Определены основные подходы, обуславливающие износостойкость наполненных полимерных покрытий.

Ключевые слова: наполнители, структура, физико-механические свойства, износостойкость, лакокрасочные покрытия, наноразмерные наполнители

Для цитирования: Тимошина Е.А., Кузнецова В.А., Марченко С.А., Железняк В.Г. Наполнители, применяемые для создания износостойких лакокрасочных покрытий (обзор) // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 141–153. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-141-153.

Review article

FILLERS USED TO CREATE WEAR-RESISTANT PAINT AND VARNISH COATINGS (review)

E.A. Timoshina¹, V.A. Kuznetsova¹, S.A. Marchenko¹, V.G. Zheleznyak¹

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

Abstract. This article considers the current state and key development trends in the development of wear-resistant paint and varnish coatings for interiors in the aviation and construction industries. It summarizes the key principles of developing wear-resistant paint and varnish coatings. The main types of fillers used to produce wear-resistant paint and varnish coatings are discussed. The key approaches to ensuring the wear resistance of filled polymer coatings are identified.

Keywords: fillers, structure, physical and mechanical properties, wear resistance, coatings, nanosized fillers

For citation: Timoshina E.A., Kuznetsova V.A., Marchenko S.A., Zheleznyak V.G. Fillers used to create wear-resistant paint and varnish coatings (review). *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 141–153. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-141-153.

Введение

В настоящее время возрастает потребность в разработке функциональных лакокрасочных покрытий, в том числе износостойких, применяемых для окраски интерьеров в авиации и строительстве. Обеспечение надежной защиты изделий авиационной техники зависит от выбора лакокрасочных материалов и покрытий на их основе [1–3].

Износостойкие лакокрасочные покрытия – это покрытия, способные противостоять механическому воздействию в процессе эксплуатации, сохраняя целостность, декоративные (внешний вид, блеск, цвет) и защитные свойства [4, 5]. Износостойкость лакокрасочных покрытий определяется их способностью сопротивляться механическому воздействию (трению, удару) и обусловлена природой пленкообразующего вещества, а также химической природой и формой наполнителей [6–9].

Для создания износостойкого покрытия необходимо использовать прочную полимерную матрицу с хорошей адгезией к поверхности наполнителя, т. е. адсорбцией полимера на поверхности дисперсной фазы наполнителя, и/или с активными функциональными группами, позволяющими обеспечить взаимодействие с активными центрами. В настоящее время для производства износостойких лакокрасочных покрытий применяют модифицированные эпоксидные, а также алкидные и полиуретановые пленкообразующие вещества. Эти соединения обладают необходимой твердостью, эластичностью и способны противостоять абразивному износу [10, 11].

Наполнители – это высокодисперсные вещества, которые вводят в состав лакокрасочных материалов для улучшения технологических, физико-механических и декоративных свойств.

Условно выделяют активное и инертное взаимодействие между пленкообразующим веществом и наполнителем. Активное (функциональное) взаимодействие возникает при наличии между пленкообразующим веществом и наполнителем химических связей или адсорбции сегментов полимера на поверхности наполнителя. При отсутствии этих сил взаимодействие является инертным [12]. Для активизации поверхности инертных наполнителей необходимо модифицировать их поверхность.

Активные наполнители способствуют повышению уровня физико-механических свойств готового покрытия. Инертные наполнители (без модификации поверхности), как правило, вводят для снижения себестоимости материала [1].

Наполнители классифицируют по способу получения (природные и синтетические), химическому составу (оксиды, гидроксиды, карбонаты, сульфаты, силикаты) и структуре (порошкообразные, волокнистые и пластинчатые). Форма частиц наполнителя может быть сферической, игольчатой, пластинчатой в зависимости от строения кристаллов химического соединения и способов их измельчения. Часто именно форма и размер наполнителей влияют на свойства лакокрасочного покрытия [12].

Для износостойких лакокрасочных покрытий применяют чешуйчатые, нитевидные, волокнистые наполнители, микросферы и микрокапсулы, а также наноразмерные частицы [5, 13–16].

В данной работе проанализированы наиболее применяемые виды наполнителей, которые могут способствовать увеличению износостойкости лакокрасочных покрытий.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 17. «Комплексная антикоррозионная защита, упрочняющие, износостойкие защитные и теплозащитные покрытия», комплексной научной проблемы 17.7. «Лакокрасочные материалы и покрытия на полимерной основе» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Чешуйчатые (пластинчатые) наполнители

Чешуйчатые наполнители – это материалы с пластинчатой формой частиц, которые используются в полимерных композиционных материалах, в том числе лакокрасочных. К наполнителям данной формы относятся каолин, тальк, слюда, графит, стеклянные чешуйки и др.

Наполнители чешуйчатой (пластинчатой) формы распределяются в основном параллельно друг другу (рис. 1). Такая упаковка частиц является наиболее плотной и создает черепичное перекрытие зазоров между слоями, что снижает газо-, водо- и светопроницаемость, повышает твердость, атмосферо- и износостойкость покрытий, препятствует образованию сквозных трещин.



Рис. 1. Схема распределения чешуйчатых (пластинчатых) наполнителей

Износостойкость покрытий на основе чешуйчатых наполнителей достигается за счет механического упрочнения и способности сопротивляться истиранию. Прочные чешуйки, равномерно распределенные в полимерной матрице, принимая на себя механическую нагрузку, способствуют перераспределению механических напряжений, возникающих при истирании покрытий [17–22].

Ученые из Китая в своих исследованиях использовали стеклянные чешуйки, модифицированные 3-триэтоксисилилпропиламином для улучшения адсорбционно-го взаимодействия между пленкообразующим веществом и поверхностью наполнителя. Чешуйки соединили с фитиновой кислотой и ионами цинка. Износостойкость лакокрасочного покрытия с данным наполнителем, по сравнению с исходным покрытием, увеличилась. Толщина наполненного покрытия уменьшилась на 30 % после 1000 циклов испытания на трение [17].

В исследованиях ученых всего мира часто упоминаются модифицированные нанолисты дисульфида молибдена и оксида графита. Эти наполнители способствуют повышению износостойкости и антикоррозионных свойств лакокрасочных покрытий за счет барьерного эффекта от преимущественно параллельного расположения частиц. Содержание данных наполнителей в лакокрасочных материалах, как правило, не превышает 3 %. В основном данный вид наполнителя применяется в антифрикционных лакокрасочных покрытиях для узлов трения с целью снижения коэффициента трения. Нанолисты дисульфида молибдена и оксида графита не применяются для производства интерьерных покрытий: они обладают темно-серым цветом, что затрудняет производство материалов пастельных тонов и ярких цветов, часто используемых при окраске интерьеров. Еще одним недостатком данных наполнителей является высокая стоимость [18–22].

Микросферы и микрокапсулы

Микросферы – это, как правило, полые сферы из стекла, керамики или полимеров (рис. 2), которые увеличивают износостойкость лакокрасочных материалов за счет снижения коэффициента трения. Абразивные частицы «проскальзывают» по поверхности такого наполнителя, снижая износ покрытия. Микросферы также способствуют равномерному распределению механических нагрузок по всему объему покрытия [23–26].

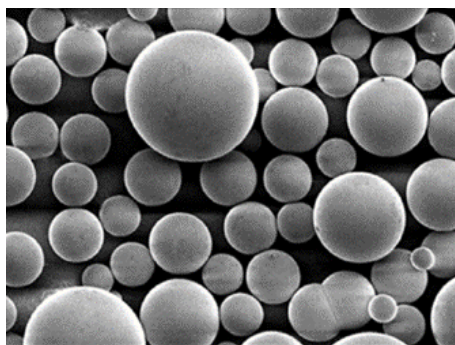


Рис. 2. Стекланные микросферы

Микрокапсулы – это полые сферы, внутри которых содержится вещество, способное «залечивать» трещины и другие повреждения, способствуя восстановлению покрытия при повреждении [27–31].

В работах [23, 24] приведены результаты серии экспериментальных исследований структуры и свойств лакокрасочных покрытий на основе эпоксидной смолы, модифицированной полыми стеклянными микросферами. Добавление микросфер приводит к увеличению износостойкости, уменьшению блеска, количества и протяженности микротрещин в покрытии.

Изготовлены покрытия на основе нитрил-бутадиеновых каучуков, армированных полыми стеклянными микросферами. Изучено влияние различных силановых связующих и содержания наполнителя на механические свойства и износостойкость лакокрасочного покрытия. Показано, что на износ покрытия влияет не только прочность межфазного взаимодействия между наполнителем и полимерной матрицей, но и концентрация наполнителя. Образец с наполнителем, модифицированным силановым связующим (5 % (по массе) γ -аминопропилтриэтоксисилана), обеспечил высокую прочность межфазного сцепления и отличную износостойкость. Кроме того, скорость износа образцов покрытия снижалась с увеличением содержания модифицированного наполнителя до 5 % (по массе) [25].

Следует отметить работу [26], в которой получено полупрозрачное, устойчивое к истиранию супергидрофобное покрытие путем нанесения суспензии пористых кремнеземных микросфер и полиметилсилоксана с последующим обжигом и фторированием. В данном случае пористые кремнеземные микросферы изготовили с помощью метода шаблона. Покрытие продемонстрировало высокую устойчивость к истиранию наждачной бумагой (в течение 2000 циклов испытания на трение) и царапанию.

Исследованы свойства и процесс формирования лакокрасочных покрытий на основе пленкообразующего вещества, модифицированного высокодисперсным сферическим политетрафторэтиленом, полифениленсульфидом и фторкаучуком. Созданная композиция с тройной модификацией образует износостойкое покрытие с повышенной химической и антикоррозионной стойкостью [27]. Добавление политетрафторэтилена привело к существенному снижению коэффициентов трения (79 %) и износа (64,8 %) [28].

Китайские ученые создали многофункциональное покрытие на основе акриловой смолы, политетрафторэтилена и оксида графена. Результаты моделирования подтверждают, что использование частиц графена приводит к улучшению структуры покрытия с точки зрения износа на 14 %. Данное покрытие обладает долговременной коррозионной стойкостью, низким коэффициентом трения, способностью к самоочищению и углом смачивания 165 градусов [29].

Для получения самовосстанавливающегося покрытия с высокой износостойкостью и коррозионной стойкостью использованы микрокапсулы с двойными стенками, заполненные эпоксидной смолой. Стенки микрокапсул образованы путем нанесения оксида

графена на внешний слой оболочки из полисульфона, модифицированного полидофамином. Поверхность полученных двустенных микрокапсул была шероховатой, размер частиц составил 60–70 мкм, а толщина стенок достигла 2–3 мкм. Благодаря улучшенной дисперсности и совместимости двустенных микрокапсул с наполнителем композиционное покрытие продемонстрировало улучшенные механические характеристики и термическую стабильность. Средний коэффициент трения и скорость износа эпоксидного покрытия, наполненного микрокапсулами в количестве 10 % (по массе), были соответственно на 37,0 и 75,2 % меньше, чем у исходного эпоксидного покрытия [30].

Нитевидные кристаллы и волокнистые наполнители

Нитевидные кристаллы и волокнистые наполнители (рис. 3) обеспечивают износостойкость покрытий за счет армирования. Данные наполнители равномерно распределяются в полимерной матрице и образуют трехмерную армирующую структуру. При таком армировании покрытия механическая нагрузка равномерно распределяется в пленкообразующем веществе лакокрасочного покрытия. Таким образом значительно повышается стойкость покрытий к механическим воздействиям, в том числе износостойкость [32–39].

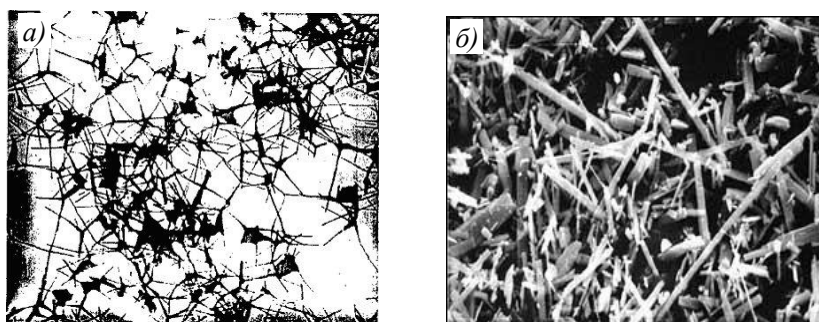


Рис. 3. Внешний вид нитевидных кристаллов (а) и волокнистого наполнителя (б)

Износостойкое супергидрофобное покрытие создано с помощью нитевидных кристаллов оксида цинка и силиконовой смолы. Тетраигольчатые нитевидные кристаллы оксида цинка представляют собой трехмерный нитевидный материал. Четыре иглы растут из одной точки в разных направлениях с углом 109 градусов между двумя иглами, демонстрируя изотропные свойства, которые помогают улучшить механические свойства композиционного материала. Благодаря трехмерной пространственной структуре оксида цинка локальные напряжения, возникающие на одном конце кристалла, будут передаваться на три других, что приведет к равномерному перераспределению напряжения и предотвращению повреждения, вызванного концентрацией напряжения при механическом воздействии. При использовании тетраигольчатых нитевидных кристаллов оксида цинка износостойкость лакокрасочного покрытия увеличилась, гидрофобные свойства и внешний вид покрытия не изменились [32].

Представляет интерес статья ученых из Китая [33]. Представлено новое супергидрофобное износостойкое покрытие на основе эпоксидной смолы и диоксида титана с нитевидной структурой тетраэдра. Частицы диоксида титана синтезировали гидротермальным способом. Используя трехмерную структуру диоксида титана, можно добиться сильного межфазного взаимодействия между наполнителем и эпоксидной смолой, обеспечивая превосходную износостойкость покрытий. Покрытие остается без изменений после 700 циклов испытания на истирание.

Для улучшения механических свойств в состав покрытий можно добавлять нанокристаллы целлюлозы, что приводит к повышению износостойкости на ~ (20–30) % без ухудшения внешнего вида в сравнении с покрытием без кристаллов [34].

Для армирования покрытия канадские ученые использовали стеклянные волокна, модифицированные дофамином, для улучшения адгезии в эпоксидном связующем. На основании результатов испытаний на растяжение, трение и эрозию установлено, что данное покрытие обладает превосходными механическими свойствами, в том числе износостойкостью [35].

Полиуретановые покрытия привлекли большое внимание благодаря высокой коррозионной стойкости и контролируемым свойствам. Однако в ходе исследований и применения этих покрытий выявлена восприимчивость к механическим повреждениям. Углеродные волокна обладают превосходными механическими свойствами, но в то же время низкой поверхностной энергией, что требует модификации полидофамином. Испытания на трение и износ показали, что коэффициент трения покрытий из ненаполненного полиуретана составил 0,212, а для покрытий с добавлением углеродных волокон снизился до 0,125 [36].

Интерес представляют работы [37, 38], в которых показано, что волластонит улучшает механические свойства покрытий, в том числе износостойкость, и снижает коэффициент трения. Волластонит в виде мелких частиц способствует армированию покрытия, улучшая износостойкость на 35 %.

Наноразмерные наполнители

При использовании наноразмерного наполнителя износостойкость достигается за счет небольшого размера частиц и большой удельной поверхности. При хранении наноразмерные наполнители склонны к агломерации вследствие повышенной поверхностной энергии, поэтому модификация поверхности является обязательной стадией их производства. При равномерном распределении по объему полимерной матрицы наполнителя создается плотная и прочная сеть межфазных границ. При трении таких покрытий твердые частицы принимают на себя абразивную нагрузку, и формируется защитный слой. При использовании наноразмерных наполнителей снижается коэффициент трения лакокрасочных покрытий, что увеличивает их износостойкость [1, 40–50].

Один из способов повышения износостойкости покрытий описан в работе [40]. Наночастицы пирогенного диоксида кремния, модифицированные гексаметилдисилазаном, наносили на грунтовку из термопластичного полиуретана с тонким слоем графеновых нанопластинок. Термический обжиг при температуре 150 °С и слой графеновых нанопластинок повысили износостойкость лакокрасочных покрытий с наночастицами пирогенного диоксида кремния.

Исследовано влияние наноразмерного диоксида кремния на механические свойства и структуру полимерного лакокрасочного покрытия. Обнаружено увеличение прочности покрытия при истирании (в 2,5 раза), твердости (на 40 %) и модуля упругости по сравнению с исходным покрытием без наполнения. Установлено, что изменение структуры и улучшение механических свойств покрытий обусловлены появлением новых структурообразующих центров вследствие добавления наноразмерного диоксида кремния [41, 42].

Новое антикоррозионное и износостойкое эпоксидное покрытие разработано посредством синергетической модификации наночастиц кремния с использованием фенилтриэтоксисилана и аминопропилтриэтоксисилана. Эта амфифильная стратегия двойной функционализации улучшает дисперсию наночастиц и усиливает межфазную связь с эпоксидной матрицей. Испытания на трение и износ продемонстрировали высокую износостойкость, при этом покрытие сохранило целостность и гидрофобность даже после того, как покрытие контрольной группы вышло из строя [43].

В работе китайских специалистов представлен новый подход к разработке износостойких покрытий из эпоксидной смолы путем включения химически модифицированных сепиолитовых и графитовых наночастиц в послойный композит [44].

Белорусские ученые изучили коррозионную стойкость и износостойкость лакокрасочного покрытия, модифицированного наночастицами углерода, на примере эмали МЛ-21. Показано, что введение в эмаль наночастиц углерода в количестве до 0,25 % приводит к увеличению коррозионной стойкости на ~20 %, износостойкости – на 50 % [45].

В другой работе белорусских ученых представлены результаты исследований лакокрасочных материалов для формирования высококачественного покрытия. Установлено, что введение углеродных нанотрубок в однокомпонентный алкидно-уретановый лак увеличивает стойкость покрытия к истиранию по сравнению с немодифицированным лаком [46].

Однослойные углеродные нанотрубки считаются идеальным наполнителем для использования в составе многофункциональных покрытий благодаря превосходным электрическим, термическим и механическим свойствам. Однако достижение равномерной дисперсии углеродных нанотрубок при сохранении их структуры и эксплуатационных характеристик остается серьезной проблемой. Включение небольших количеств углеродных нанотрубок во фторуглеродные покрытия повышает износостойкость. Скорость износа покрытия, содержащего 0,15 % (по массе) углеродных нанотрубок, уменьшается на 50,1 % из-за улучшенной прочности и теплопроводности, что предотвращает абразивный износ [47].

Для повышения адгезии и получения прочного покрытия нанотрубки галлуазита введены в акриловую смолу. Композиционное покрытие обладает высокой износо- и водостойкостью, устойчивостью к воздействию окружающей среды, что в основном обусловлено сильными межфазными взаимодействиями между компонентами [48].

Следует рассмотреть покрытие из полиуретана, наполненное наночастицами оксида алюминия и графеном. Результаты исследований показали, что покрытие с наноразмерными частицами оксида алюминия обладает значительно более высокой износостойкостью и коррозионной стойкостью по сравнению с покрытиями без оксида алюминия. Покрытие, содержащее 3 % (по массе) наночастиц оксида алюминия, показало наилучшие результаты с точки зрения коэффициента трения, объема износа, силы тока коррозии и импеданса [49].

Разработан новый метод *in situ* присоединения поли(2-аминотиазола) к поверхности малослойного карбида титана с образованием нанокомпозитов. Анализ поперечного сечения с помощью сканирующей электронной микроскопии показал, что включение в качестве нанонаполнителя карбида титана в эпоксидную смолу эффективно устраняет микродефекты, возникающие в процессе отверждения покрытия. В частности, снижается коэффициент трения покрытия до 0,48, что на 25 % меньше по сравнению с показателем исходной эпоксидной смолы. Эти результаты подчеркивают значительный потенциал нанокомпозитов для разработки многофункциональных покрытий с повышенной износостойкостью [50].

Заключения

В настоящее время износостойкие лакокрасочные материалы широко применяют при окраске интерьеров в авиации и строительстве. Одним из основных методов повышения износостойкости лакокрасочных покрытий является введение специальных наполнителей.

В данной работе рассмотрены различные типы наполнителей, влияние их формы и размера на свойства покрытий.

Основным направлением исследований по увеличению износостойкости лакокрасочных покрытий является применение микроразмерных наполнителей различной формы, преимуществами которых являются экономическая доступность и возможность достижения необходимых свойств. Но в последние годы все больше научных работ связано с использованием наноразмерных наполнителей, обеспечивающих специальные свойства лакокрасочных покрытий, в том числе износостойкость. Ограниченность широкого использования наноразмерных наполнителей связана с высокой стоимостью и агломерацией при хранении.

Список источников

1. Марченко С.А., Железняк В.Г., Кузнецова В.А. Применение и модификация частиц для создания супергидрофобных покрытий (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 5 (123). С. 94–110. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 21.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-5-94-110.
2. Железняк В.Г. Современные лакокрасочные материалы для применения в изделиях авиационной техники // Труды ВИАМ. 2019. № 5 (77). С. 62–67. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
3. Каблов Е.Н., Лаптев А.Б., Прокопенко А.Н., Гуляев А.И. Релаксация полимерных композиционных материалов под длительным действием статической нагрузки и климата (обзор). Часть 1. Связующие // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 4 (65). С. 70–80. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.12.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
4. Кузнецова В.А., Тимошина Е.А., Шаповалов Г.Г., Железняк В.Г. Тенденции в области разработки матовых износостойких лакокрасочных покрытий // Труды ВИАМ. 2023. № 10 (128). С. 132–144. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.07.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-10-132-144.
5. Кузнецова В.А., Деев И.С., Железняк В.Г., Силаева А.А. Износостойкое лакокрасочное покрытие с квазикристаллическим наполнителем // Труды ВИАМ. 2018. № 3 (63). С. 68–76. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-3-68-76.
6. Бартенев Г.М., Лаврентьев В.В. Трение и износ полимеров. Л.: Химия, 1972. 240 с.
7. Gupta B.R. Friction and wear mechanism of polymers, their composites and nanocomposites // Tribology of Polymer, Polymer Composites, and Polymer Nanocomposites. Amsterdam: Elsevier, 2023. P. 51–117.
8. Кузнецова В.А., Марченко С.А., Емельянов В.В., Железняк В.Г. Исследование влияния молекулярной массы эпоксидных олигомеров и отвердителей на эксплуатационные свойства лакокрасочных покрытий // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (61). С. 71–79. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 11.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-71-79.
9. Меркулова Ю.И., Кузнецова В.А., Кодаченко Е.Н., Железняк В.Г. Исследование влияния химической природы грунтовочного слоя на свойства системы покрытий на основе фторполиуретановой эмали // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 1 (66). С. 110–119. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 19.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-110-119.
10. Романова А.В., Соколова Е.А., Разуваев А.В. Защитные износостойкие покрытия деталей машин // Современные инновации в науке и технике: сб. науч. тр. 9-й Всерос. науч.-техн. конф. с междунар. участием. Курск, 2019. С. 313–316.
11. Gohardani O. Impact of erosion testing aspects on current and future flight conditions // Progress in Aerospace Science. 2011. Vol. 47. P. 280–303.
12. Герасимова Л.Г., Скороходова О.Н. Наполнители для лакокрасочной промышленности. М.: ЛКМ-пресс, 2010. 224 с.
13. Козлова А.А., Кондрашов Э.К. Влияние молекулярной массы и элементного состава изоцианатов на свойства фторполиуретановых эмалей // Авиационные материалы и технологии. 2023. № 4 (73). С. 92–100. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 24.11.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-92-100.
14. Коврижкина Н.А., Кузнецова В.А., Силаева А.А., Марченко С.А. Способы улучшения свойств лакокрасочных покрытий с помощью введения различных наполнителей (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 41–48. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-41-48.
15. Кузнецова В.А., Силаева А.А., Емельянов В.В., Марченко С.А. Влияние технологии изготовления дисперсно-армированных лакокрасочных материалов на эксплуатационные свойства покрытий на их основе // Труды ВИАМ. 2019. № 6 (78). С. 75–83. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 10.11.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-6-75-83.

16. Hennebelle F., Najjar D., Bigerelle M., Iost A. Influence of the morphological texture on the low wear damage of paint coated sheets // *Progress in Organic Coatings*. 2006. Vol. 56. P. 81–89.
17. Jian Z., Wen-Guang L., Hui Y. et al. Improvement of wear-resistance and anti-corrosion of waterborne epoxy coating by synergistic modification of glass flake with phytic acid and Zn^{2+} // *Ceramics International*. 2023. Vol. 49 (11). P. 17910–17920.
18. Shibo C., Changqing Y., Yi W. et al. Developing polydopamine modified molybdenum disulfide/epoxy resin powder coatings with enhanced anticorrosion performance and wear resistance on magnesium lithium alloys // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2022. Vol. 10 (9). P. 2534–2545.
19. Shaofeng Z., Jin Y., Huimin Y. et al. ZrO_2 -anchored rGO nanohybrid for simultaneously enhancing the wear resistance and anticorrosion performance of multifunctional epoxy coatings // *Progress in Organic Coatings*. 2022. Vol. 166. P. 106795.
20. Leifeng S., Han Y., Shan Z. et al. A durable superhydrophobic composite coating towards superior anticorrosion/wear properties // *Applied Surface Science*. 2024. Vol. 655. P. 159662.
21. Yushan H., Xiaoqiang F., Yin H. et al. Experimental and theoretical evaluations on the parallel-aligned graphene oxide hybrid epoxy composite coating toward wear resistance // *Carbon*. 2024. Vol. 217. P. 118629.
22. Макаренко О.А. Повышение износостойкости эпоксидной композиции для внутренней поверхности РВСП путем введения в состав чешуйчатых наполнителей // *Нефтегазовое дело*. 2008. Т. 6. № 2. С. 200–204.
23. Валько Н.Г., Глоба А.И., Касперович А.В., Духович Ю.В. Структура и свойства лакокрасочных покрытий, модифицированных полыми стеклянными микросферами // *Вестник ГГУ им. Янки Купалы*. 2020. Т. 10. № 2. С. 95–102.
24. Kotnarowska D. Kinetics of wear of epoxide coating modified with glass microspheres and exposed to the impact of alundum particles // *Progress in Organic Coatings*. 1997. Vol. 31 (4). P. 325–330.
25. Yanbao G., Zheng Z., Zhiqiang C., Deguo W. Wear behavior of hollow glass beads (HGB) reinforced nitrile butadiene rubber: Effects of silane coupling agent and filler content // *Materials today Communications*. 2019. Vol. 19. P. 366–373.
26. Qinqin S., Fubin W., Yuewen H., Bin W. Abrasion resistant semitransparent self-cleaning coatings based on porous silica microspheres and polydimethylsiloxane // *Ceramics International*. 2019. Vol. 45 (1). P. 401–408.
27. Квасников М.Ю., Киселев М.Р., Камедчиков А.В., Точилкина Е.О. Лакокрасочные износоустойчивые композиционные покрытия с повышенной химической стойкостью, получаемые методом электроосаждения на катоде // *Журнал прикладной химии*. 2017. Т. 90. № 6. С. 713–723.
28. Shiqiang Z., Xiaohua J., Song L. et al. Epoxy/polytetrafluoro-wax composite coatings demonstrate remarkable wear resistance, offering rapid and durable cyclic self-healing capabilities facilitated by the «sweating» behavior of polytetrafluoro-wax // *Progress in Organic Coatings*. 2024. Vol. 188. P. 108227.
29. Hadi K., Milad R., Sepideh A.-I. Durable superhydrophobic PTFE-rich/Acrylic rGO Loaded Self-lubricating Coating to Advance Wear and Long-time Corrosion: Experimental studies and molecular dynamics simulation of friction and corrosive agents penetration // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2025. Vol. 713. P. 136518.
30. Pengyan Z., Jin Y., Huimin Y. et al. Wear and corrosion resistance of self-healing epoxy coatings filled by polydopamine-modified graphene oxide assembly of polysulfone double-walled microcapsules // *Progress in Organic Coatings*. 2023. Vol. 177. P. 107416.
31. Zhongpan Z., Xiaoqiang F., Yawen Z. et al. A novel biphasic epoxy coating reinforced with composite oil microdroplets for ultra-low friction and wear // *Carbon*. 2025. Vol. 245. P. 120847.
32. Jiajun B., Qian W., Yiran Z. et al. Preparation and properties of wear resistant thermochromic superhydrophobic coatings // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2025. Vol. 707. P. 135882.
33. Xinyi C., Lu Y., Hongqiang C. et al. High wear-resistant superhydrophobic coating based on urchin-like TiO_2 /epoxy composite for concrete // *Construction and Building Materials*. 2025. Vol. 496. P. 143837.
34. Vahe V., Bouddah P., Véronique L. et al. Wear resistance of nanocomposite coatings // *Anti-Abrasive Nanocoatings*. Elsevier, 2015. P. 201–223.

35. Qian Z., Wu Y., Zhao W. Constructing coral-like PDA layer on glass fiber to enhance the erosion resistance of epoxy coating // *Chemical Physics Letters*. 2024. Vol. 841. P. 141199.
36. Wang X., Zhang X., Ma Y. et al. Highly efficient photothermal self-healing wear-resistant and anti-corrosion coating reinforced by CF@PDA@Cu₂O nanocomposite // *Progress in Organic Coatings*. 2025. Vol. 207. P. 109393.
37. Muslim N.B., Hamzah A.F., Al-kawaz A.E. Study of mechanical properties of wollastonite filled epoxy functionally graded composite // *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*. 2018. Vol. 9. P. 669–677.
38. Xian G., Walter R., Hauptert F. Comparative study of the mechanical and wear performance of short carbon fibers and mineral particles (wollastonite, CaSiO₃) filled epoxy composites // *Journal of Polymer Science. Part B: Polymer Physics*. 2006. Vol. 44. P. 854–863.
39. Mudra E., Shepa I., Hrubovcakova M. et al. Highly wear-resistant alumina/graphene layered and fiber-reinforced composites // *Wear*. 2021. Vol. 484–485. P. 204026.
40. Naderizadeh S., Athanassiou A., Bayer I.S. Interfacing superhydrophobic silica nanoparticle films with graphene and thermoplastic polyurethane for wear/abrasion resistance // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2018. Vol. 519. P. 285–295.
41. Лыгденов В.Ц., Сызранцев В.В., Бардаханов С.П. и др. Исследование влияния наночастиц диоксида кремния на свойства лакокрасочного покрытия из перхлорвиниловой эмали // *Прикладная механика и техническая физика*. 2020. Т. 61. № 5. С. 246–254. DOI: 10.15372/pmtf20200525.
42. Yang Y., Tu Y., Gui X. et al. Facile fabrication of wear-resistant, fluorine-free, strongly adhesive superhydrophobic coating based on modified SiO₂/silicone nanocomposites // *Progress in Organic Coatings*. 2023. Vol. 182. P. 107694.
43. Jintao G., Jianfeng L., Ting H. et al. Enhanced anticorrosion and wear resistance of epoxy coatings via surface amphiphilic functionalization of silica fillers // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2025. Vol. 722. P. 137198.
44. Sun N., Hou Z., Jiang Z. et al. Facile modification of sepiolite and its application in wear-resistant and superhydrophobic epoxy coatings by mimicking the structure of shark skin // *Applied Clay Science*. 2025. Vol. 264. P. 107642.
45. Зноско К.Ф., Нуретдинов С.А., Юрго А.Г., Казьмин А.А. Коррозионная стойкость и износостойкость лакокрасочных покрытий, модифицированных наночастицами углерода // *Вестник ГГУ им. Янки Купалы*. 2023. Т. 13. № 1. С. 76–87.
46. Игнатович Л.В., Барташевич А.А., Бахар Л.М., Утгоф С.С. Повышение эксплуатационных свойств лакокрасочных покрытий паркетных полов // *Труды БГТУ*. 2011. № 2. С. 158–160.
47. Wang Z., Man T., Nong Z. et al. Preparation and performances of conductive, wear-resistant, and anti-corrosion coatings based on low content monodisperse SWCNTs // *Diamond and Related Materials*. 2024. Vol. 150. P. 111694.
48. Xinyuan Z., Yuqian X., Di Z. et al. Robust and wear-durable coating based on halloysite nanotubes/polymer composite for passive daytime radiative cooling // *Composites Science and Technology*. 2024. Vol. 251. P. 110566.
49. Xueting C., Xiaoqi C., Qingyun Z. et al. Alumina nanoparticles-reinforced graphene-containing waterborne polyurethane coating for enhancing corrosion and wear resistance // *Corrosion Communications*. 2021. Vol. 4. P. 1–11.
50. Liu T., Zhang C., Qu D. et al. Enhanced anti-corrosion and wear resistance of epoxy coatings through ploy(2-aminothiazole)-modified Mxene // *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. 2025. Vol. 725. Part 1. P. 137554.

References

1. Marchenko S.A., Zheleznyak V.G., Kuznetsova V.A. Application and modification of particles to create superhydrophobic coatings (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 5 (123), pp. 94–110. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: November 21, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-5-94-110.
2. Zheleznyak V.G. Modern paint and varnish materials for use in aviation equipment products. *Trudy VIAM*, 2019, no. 5 (77), pp. 62–67. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.

3. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: December 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
4. Kuznetsova V.A., Timoshina E.A., Shapovalov G.G., Zheleznyak V.G. Trends in the development of matte wear-resistant paint coatings. *Trudy VIAM*, 2023, no. 10 (128), pp. 132–144. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: July 14, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-10-132-144.
5. Kuznetsova V.A., Deev I.S., Zheleznyak V.G., Silaeva A.A. Anti wear coating with quasicrystal filler. *Trudy VIAM*, 2018, no. 3 (63), pp. 68–76. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 17, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-3-68-76.
6. Bartenev G.M., Lavrentev V.V. *Friction and wear of polymers*. Leningrad: Khimia, 1972, 240 p.
7. Gupta B.R. *Friction and wear mechanism of polymers, their composites and nanocomposites. Tribology of Polymer, Polymer Composites, and Polymer Nanocomposites*. Amsterdam: Elsevier, 2023, pp. 51–117.
8. Kuznetsova V.A., Marchenko S.A., Emelyanov V.V., Zheleznyak V.G. Study of the influence of molecular mass of epoxy oligomers and hardeners on the operational properties of paint coatings. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 71–79. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 11, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-71-79.
9. Merkulova Yu.I., Kuznetsova V.A., Kodachenko E.N., Zheleznyak V.G. Study of the influence of the primer layer's chemical nature on the properties of the coating system based on fluoropolyurethane enamel. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 1 (66), pp. 110–119. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 19, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-1-110-119.
10. Romanova A.V., Sokolova E.A., Razuvaev A.V. Protective wear-resistant coatings of machine parts. *Modern innovations in science and technology: collection of scientific papers of the 9th All-Rus. sci. and tech. conf. with int. participation*. Kursk, 2019, pp. 313–316.
11. Gohardani O. Impact of erosion testing aspects on current and future flight conditions. *Progress in Aerospace Science*, 2011, vol. 47, pp. 280–303.
12. Gerasimova L.G., Skorokhodova O.N. *Fillers for the paint and varnish industry*. Moscow: LKM-press, 2010, 224 p.
13. Kozlova A.A., Kondrashov E.K. Influence of molecular weight and elemental composition of isocyanates on the properties of fluoropolyurethane enamels. *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 4 (73), pp. 92–100. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: November 24, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-4-92-100.
14. Kovrizhkina N.A., Kuznetsova V.A., Silaeva A.A., Marchenko S.A. Ways to improve the properties of paint coatings by adding different fillers (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 41–48. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-41-48.
15. Kuznetsova V.A., Silaeva A.A., Emelyanov V.V., Marchenko S.A. Influence of manufacturing techniques of the disperse reinforced paint and varnish materials on operational properties of coverings on their basis. *Trudy VIAM*, 2019, no. 6 (78), pp. 75–83. Available at: <http://viam-works.ru> (accessed: October 10, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-6-75-83.
16. Hennebelle F., Najjar D., Bigerelle M., Iost A. Influence of the morphological texture on the low wear damage of paint coated sheets. *Progress in Organic Coatings*, 2006, vol. 56, pp. 81–89.
17. Jian Z., Wen-Guang L., Hui Y. et al. Improvement of wear-resistance and anti-corrosion of waterborne epoxy coating by synergistic modification of glass flake with phytic acid and Zn^{2+} . *Ceramics International*, 2023, vol. 49 (11), pp. 17910–17920.
18. Shibo C., Changqing Y., Yi W. et al. Developing polydopamine modified molybdenum disulfide/epoxy resin powder coatings with enhanced anticorrosion performance and wear resistance on magnesium lithium alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2022, vol. 10 (9), pp. 2534–2545.
19. Shaofeng Z., Jin Y., Huimin Y. et al. ZrO_2 -anchored rGO nanohybrid for simultaneously enhancing the wear resistance and anticorrosion performance of multifunctional epoxy coatings. *Progress in Organic Coatings*, 2022, vol. 166, p. 106795.
20. Leifeng S., Han Y., Shan Z. et al. A durable superhydrophobic composite coating towards superior anticorrosion/wear properties. *Applied Surface Science*, 2024, vol. 655, p. 159662.

21. Yushan H., Xiaoqiang F., Yin H. et al. Experimental and theoretical evaluations on the parallel-aligned graphene oxide hybrid epoxy composite coating toward wear resistance. *Carbon*, 2024, vol. 217, p. 118629.
22. Makarenko O.A. Increasing the wear resistance of the epoxy composition for the inner surface of vertical steel tubes by introducing flaky fillers into the composition. *Neftegazovoe delo*, 2008, vol. 6, no. 2, pp. 200–204.
23. Valko N.G., Globa A.I., Kasperovich A.V., Dukhovich Yu.V. Structure and properties of paint and varnish coatings modified with hollow glass microspheres. *Vestnik GGU im. Yanki Kupaly*, 2020, vol. 10, no. 2, pp. 95–102.
24. Kotnarowska D. Kinetics of wear of epoxide coating modified with glass microspheres and exposed to the impact of alundum particles. *Progress in Organic Coatings*, 1997, vol. 31 (4), pp. 325–330.
25. Yanbao G., Zheng Z., Zhiqiang C., Deguo W. Wear behavior of hollow glass beads (HGB) reinforced nitrile butadiene rubber: Effects of silane coupling agent and filler content. *Materials today Communications*, 2019, vol. 19, pp. 366–373.
26. Qinqin S., Fubin W., Yuewen H., Bin W. Abrasion resistant semitransparent self-cleaning coatings based on porous silica microspheres and polydimethylsiloxane. *Ceramics International*, 2019, vol. 45 (1), pp. 401–408.
27. Kvasnikov M.Yu., Kiselev M.R., Kamedchikov A.V., Tochilkina E.O. Wear-resistant composite paint and varnish coatings with increased chemical resistance obtained by electrodeposition on a cathode. *Zhurnal prikladnoy khimii*, 2017, vol. 90, no. 6, pp. 713–723.
28. Shiqiang Z., Xiaohua J., Song L. et al. Epoxy/polytetrafluoro-wax composite coatings demonstrate remarkable wear resistance, offering rapid and durable cyclic self-healing capabilities facilitated by the «sweating» behavior of polytetrafluoro-wax. *Progress in Organic Coatings*, 2024, vol. 188, p. 108227.
29. Hadi K., Milad R., Sepideh A.-I. Durable superhydrophobic PTFE-rich/Acrylic rGO Loaded Self-lubricating Coating to Advance Wear and Long-time Corrosion: Experimental studies and molecular dynamics simulation of friction and corrosive agents penetration. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2025, vol. 713, p. 136518.
30. Pengyan Z., Jin Y., Huimin Y. et al. Wear and corrosion resistance of self-healing epoxy coatings filled by polydopamine-modified graphene oxide assembly of polysulfone double-walled microcapsules. *Progress in Organic Coatings*, 2023, vol. 177, p. 107416.
31. Zhongpan Z., Xiaoqiang F., Yawen Z. et al. A novel biphasic epoxy coating reinforced with composite oil microdroplets for ultra-low friction and wear. *Carbon*, 2025, vol. 245, p. 120847.
32. Jiajun B., Qian W., Yiran Z. et al. Preparation and properties of wear resistant thermochromic superhydrophobic coatings. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2025, vol. 707, p. 135882.
33. Xinyi C., Lu Y., Hongqiang C. et al. High wear-resistant superhydrophobic coating based on urchin-like TiO₂/epoxy composite for concrete. *Construction and Building Materials*, 2025, vol. 496, p. 143837.
34. Vahe V., Bouddah P., Véronie L. et al. Wear resistance of nanocomposite coatings. *Anti-Abrasive Nanocoatings*. Elsevier, 2015, pp. 201–223.
35. Qian Z., Wu Y., Zhao W. Constructing coral-like PDA layer on glass fiber to enhance the erosion resistance of epoxy coating. *Chemical Physics Letters*, 2024, vol. 841, p. 141199.
36. Wang X., Zhang X., Ma Y. et al. Highly efficient photothermal self-healing wear-resistant and anti-corrosion coating reinforced by CF@PDA@Cu₂O nanocomposite. *Progress in Organic Coatings*, 2025, vol. 207, p. 109393.
37. Muslim N.B., Hamzah A.F., Al-kawaz A.E. Study of mechanical properties of wollastonite filled epoxy functionally graded composite. *International Journal of Mechanical Engineering and Technology*, 2018, vol. 9, pp. 669–677.
38. Xian G., Walter R., Hauptert F. Comparative study of the mechanical and wear performance of short carbon fibers and mineral particles (wollastonite, CaSiO₃) filled epoxy composites. *Journal of Polymer Science. Part B: Polymer Physics*, 2006, vol. 44, pp. 854–863.
39. Mudra E., Shepa I., Hrubovcakova M. et al. Highly wear-resistant alumina/graphene layered and fiber-reinforced composites. *Wear*, 2021, vol. 484–485, p. 204026.

40. Naderizadeh S., Athanassiou A., Bayer I.S. Interfacing superhydrophobic silica nanoparticle films with graphene and thermoplastic polyurethane for wear/abrasion resistance. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2018, vol. 519, pp. 285–295.
41. Lygdenov V.Ts., Syzrantsev V.V., Bardakhanov S.P. et al. Study of the influence of silicon dioxide nanoparticles on the properties of paint and varnish coatings made of perchlorovinyl enamel. *Prikladnaya mekhanika i tekhnicheskaya fizika*, 2020, vol. 61, no. 5, pp. 246–254. DOI: 10.15372/pmtf20200525.
42. Yang Y., Tu Y., Gui X. et al. Facile fabrication of wear-resistant, fluorine-free, strongly adhesive superhydrophobic coating based on modified SiO₂/silicone nanocomposites. *Progress in Organic Coatings*, 2023, vol. 182, p. 107694.
43. Jintao G., Jianfeng L., Ting H. et al. Enhanced anticorrosion and wear resistance of epoxy coatings via surface amphiphilic functionalization of silica fillers. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2025, vol. 722, p. 137198.
44. Sun N., Hou Z., Jiang Z. et al. Facile modification of sepiolite and its application in wear-resistant and superhydrophobic epoxy coatings by mimicking the structure of shark skin. *Applied Clay Science*, 2025, vol. 264, p. 107642.
45. Znosko K.F., Nuretdinov S.A., Yurgo A.G., Kazmin A.A. Corrosion resistance and wear resistance of paint and varnish coatings modified with carbon nanoparticles. *Vestnik GGU im. Yanki Kupaly*, 2023, vol. 13, no. 1, pp. 76–87.
46. Ignatovich L.V., Bartashevich A.A., Bakhar L.M., Utgof S.S. Improving the performance properties of paint and varnish coatings of parquet floors. *Trudy BGTU*, 2011, no. 2, pp. 158–160.
47. Wang Z., Man T., Nong Z. et al. Preparation and performances of conductive, wear-resistant, and anti-corrosion coatings based on low content monodisperse SWCNTs. *Diamond and Related Materials*, 2024, vol. 150, p. 111694.
48. Xinyuan Z., Yuqian X., Di Z. et al. Robust and wear-durable coating based on halloysite nanotubes/polymer composite for passive daytime radiative cooling. *Composites Science and Technology*, 2024, vol. 251, p. 110566.
49. Xueting C., Xiaoqi C., Qingyun Z. et al. Alumina nanoparticles-reinforced graphene-containing waterborne polyurethane coating for enhancing corrosion and wear resistance. *Corrosion Communications*, 2021, vol. 4, pp. 1–11.
50. Liu T., Zhang C., Qu D. et al. Enhanced anti-corrosion and wear resistance of epoxy coatings through ploy(2-aminothiazole)-modified Mxene. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2025, vol. 725, part 1, p. 137554.

Информация об авторах

Тимошина Екатерина Александровна, инженер, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

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

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

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

Information about the authors

Ekaterina A. Timoshina, Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

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

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

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

Статья поступила в редакцию 12.02.2026; получена после доработки 20.02.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 26.03.2026.
The article was submitted 12.02.2026; received in revised form 20.02.2026; approved and accepted for publication after reviewing 26.03.2026.

Научная статья

УДК 539.612

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-154-165

ВЗАИМОСВЯЗЬ СМАЧИВАЕМОСТИ ВОЛОКНА И ВЕЛИЧИНЫ АДГЕЗИИ В СИСТЕМЕ «ВОЛОКНО–ПОЛИМЕРНАЯ МАТРИЦА»

Р.Р. Иванов^{1,2}, А.И. Сидорина¹, С.В. Котомин²

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

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

Аннотация. Определена величина адгезии эпоксидного связующего ВСЭ-30 к волокнам различных производителей. Проведена оценка смачиваемости поверхности углеродных волокон эпоксидным связующим. Исследована взаимосвязь коэффициента смачиваемости с величиной адгезионной прочности. Проведена отмывка углеродных волокон от эпоксидного аппрета с помощью аппарата Сокслета. Получены фотографии поверхности углеродных волокон с помощью сканирующего электронного микроскопа.

Ключевые слова: адгезия, углеродные волокна, смачиваемость, эпоксидное связующее, аппрет, полимерный композиционный материал

Для цитирования: Иванов Р.Р., Сидорина А.И., Котомин С.В. Взаимосвязь смачиваемости волокна и величины адгезии в системе «волокно–полимерная матрица» // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 154–165. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-154-165.

Scientific article

THE RELATIONSHIP BETWEEN FIBER WETTABILITY AND ADHESION VALUE IN THE «FIBER–POLYMER MATRIX» SYSTEM

R.R. Ivankov^{1,2}, A.I. Sidorina¹, S.V. Kotomin²

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

²Federal State Budgetary Educational Institution of Higher Education «Bauman Moscow State Technical University (National Research University of Technology)», Moscow, Russia; bauman@bmstu.ru

Abstract. In the article the adhesion of VSE-30 epoxy binder to fibers from various manufacturers was determined. The wettability of the carbon fiber surface by the epoxy binder was assessed. The article studies the relationship between horizontal impregnation and the adhesion strength. The carbon fibers are washed from the epoxy impregnation using a Soxhlet extractor. Photographs of the carbon fiber surface were obtained using a scanning electron microscope.

Keywords: adhesion, carbon fibers, wettability, epoxy binder, finish coat, polymer composite material

For citation: Ivankov R.R., Sidorina A.I., Kotomin S.V. The relationship between fiber wettability and adhesion value in the «fiber–polymer matrix» system. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 154–165. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-154-165.

Введение

В XXI в. стремительно увеличивается объем производства и разработки новых полимерных композиционных материалов (ПКМ). Преимущественно это обусловлено тем, что ПКМ обладают высокими упруго-прочностными характеристиками при меньшей массе по сравнению с металлами и сплавами, что делает их востребованными для производства изделий и конструкций автомобильной, авиационной и космической техники [1–3].

Наиболее широко применяемыми полимерными связующими являются эпоксидные смолы, которые модифицируют различными способами [3–10]. Их используют в производстве лакокрасочных покрытий, ПКМ, клеевых и заливочных композиций, а также герметиков [11].

В настоящее время разработчики ПКМ в качестве тканых наполнителей используют углеродные волокна, обладающие уникальными прочностными и химическими свойствами. Поверхность углеродных волокон также можно модифицировать различными способами, которые рассмотрены в работах [12–16].

Особое внимание при изготовлении изделий из ПКМ уделяют вопросам достижения оптимальной величины адгезии на границе раздела «волокно–полимерная матрица». Это обусловлено тем, что полимерная матрица должна эффективно распределять нагрузку между углеродными волокнами в конструкции из ПКМ [17, 18]. Однако полимерная матрица значительно отличается по своим свойствам от углеродных наполнителей, в связи с чем перед исследователями, химиками и инженерами возникает задача достижения оптимальной величины адгезии углеродных наполнителей к полимерной матрице [19–24].

На границе раздела фаз при взаимодействии полимерной матрицы и углеродного волокна возникают как физические, так и химические связи. Именно поэтому адгезия является комплексным явлением. Если увеличить адгезионную прочность между наполнителем и эпоксидным связующим, то можно повысить и физико-механические характеристики ПКМ [19, 24]. По этой причине при разработке волокнистых материалов особое внимание уделяется границам раздела фаз (*interface*) и граничному слою (*interphase*) [24].

Для определения величины адгезии в системе «волокно–полимерная матрица» преимущественно используют методы pull out и push out [18–24]. Однако в работе [17] предложен усовершенствованный метод вытягивания из «узла», который позволяет определить данный параметр значительно быстрее. В работе [19] представлены основные положения по пробоподготовке образцов к испытаниям методом pull out. Автор исследовал зависимость адгезионной прочности от степени отверждения и способа модификации полимерной матрицы. Установлена взаимосвязь прочности границы раздела фаз и физико-механических свойств волокнистых ПКМ.

На рис. 1 приведены наиболее распространенные схемы испытаний для оценки адгезионной прочности в системе «волокно–полимерная матрица». Согласно данным работы [23], для определения среднего значения адгезионной прочности требуется большое количество образцов. Кроме того, для испытаний используют отдельный монофиламент, что не соответствует реальным условиям работы армирующих волокон в виде жгутов или тканей в армированных пластиках. Одним из главных недостатков метода pull out, по мнению авторов статьи [24], является то, что разрушение при испытаниях углеродных и стеклянных мононитей происходит не на границе раздела фаз с полимерной матрицей, а по волокну. Именно по этой причине наиболее перспективным методом исследования адгезионной прочности является метод push out, который исключает повреждение волокна в ходе испытаний. Большинство микромеханических

методов определения адгезии характеризуются значительной трудоемкостью и длительностью проведения испытаний, а также требуют высокой квалификации персонала. Вследствие непостоянного диаметра по длине волокна существует неопределенность при расчете площади адгезионного контакта. Из-за влияния геометрической формы и переменного по длине диаметра углеродных волокон могут возникать остаточные напряжения, что приводит к искажению результатов испытаний. В результате возникает разброс получаемых данных, что усложняет проведение статистической обработки [23, 24].

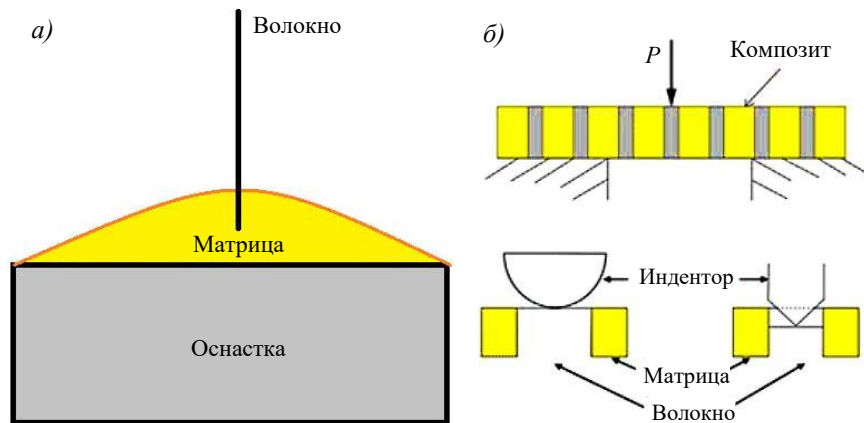


Рис. 1. Методы определения адгезионной прочности в системе «волокно–полимерная матрица»: а – pull out; б – push out (P – нагрузка) [18]

Существуют и другие способы определения адгезионной прочности, такие как фрагментация волокна и метод трех волокон. Однако данные методы имеют ряд ограничений, которые приведены в работах [17–19, 24].

Согласно работе [24], в большинстве случаев адгезионную прочность измеряют в условиях сдвиговой нагрузки. Именно поэтому адгезию между полимерным связующим и углеродным наполнителем оценивают с помощью методов межслойного сдвига и межслоевой трещиностойкости по *модам* I и II.

В связи с часто возникающими проблемами при пробоподготовке образцов к испытаниям методом pull out в ФРГ разработан прибор, который позволяет работать с разными видами полимерных матриц в широком диапазоне температур.

В настоящее время одним из самых распространенных методов получения изделий из ПКМ является вакуумная инфузия [3]. При проведении этого технологического процесса необходимо понимать, насколько хорошо смачивается углеродный тканый наполнитель эпоксидным связующим [3, 25, 26].

На протяжении нескольких лет для оценки смачиваемости углеродного волокна применяется метод определения краевого угла смачивания (рис. 2), который подробно описан в научно-технической литературе [27–29]. Тем не менее данный метод не всегда является достаточно информативным.

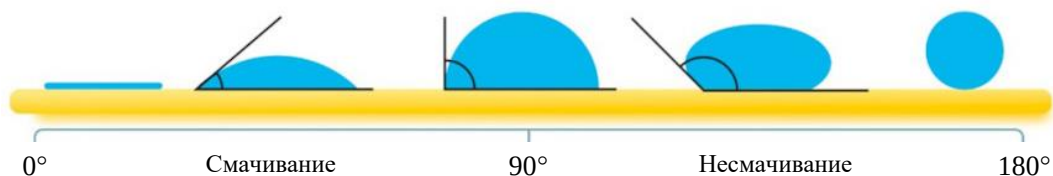


Рис. 2. Определение краевого угла смачивания [27]

Следует отдельно выделить описанный в работе [30] метод для определения смачиваемости углеродных жгутов связующими – растекание капли по горизонтально расположенному углеродному волокну.

Цель данной работы – установить взаимосвязь между смачиваемостью волокна и величиной адгезии эпоксидного связующего к углеродным волокнам отечественного и зарубежных производителей.

Материалы и методы

В качестве полимерного связующего использовали двухкомпонентное эпоксидное связующее ВСЭ-30, основные свойства которого представлены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства связующего ВСЭ-30 и его аналогов [31]

Показатель	Значения показателей для связующего	
	ВСЭ-30 (НИИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)	Epicote LR285 MGS Aero/LH286 (компания Hexion)
Температура стеклования, °С	115	85–90
Вязкость при 25 °С, Па·с	0,45	0,06–0,10
Температура формообразования, °С	15–30	15–30
Жизнеспособность при 25±5 °С, мин	100	40
Температура доотверждения, °С (продолжительность, ч)	120 (4)	80 (15)

Эпоксидное связующее ВСЭ-30 производства НИИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ по сравнению с отечественными аналогами Т-32 и ЭПС-И-108 обладает низкой вязкостью, что позволяет легко инжектировать его в герметично собранный пакет для процесса инфузионной пропитки тканого наполнителя [31].

В качестве углеродных наполнителей использованы волокна китайского (УВІ), российского (УМТ42S-3К (УВІІ), УМТ49S-12К (УВІІІ)) и японского (УВІV) производителей (табл. 2).

Таблица 2

Свойства высокопрочных углеродных волокон разных производителей

Показатель	Значения показателей для углеродного волокна			
	УВІ	УВІІ	УВІІІ	УВІV
Линейная плотность, текс	198±6	190	770	800
Прочность при растяжении, МПа	≥4000	4200	4900	≥4900
Модуль упругости, ГПа	220–260	240–270	250–270	≥230
Относительное удлинение, %	≥1,5	≥1,5	≥1,8	≥2,0
Содержание аппрета на нити, % (по массе)	1,0–1,5	1,0–1,7	1,0–1,6	1,0–1,5
Плотность волокна, г/см ³	1,78±0,05	1,78±0,03	1,78±0,03	1,80±0,03
Тип аппрета	Эпоксидный			

В качестве вспомогательного жгута для затягивания узла выбран жгут Русар-НТ (табл. 3). Арамидные волокна третьего поколения обладают рекордными прочностными показателями и значительной адгезией к эпоксидным связующим.

Свойства арамидного жгута Русар-НТ

Показатель	Значения показателей
Плотность, г/см ³	1,45
Удельная разрывная нагрузка нити, сН/текс	290
Прочность при растяжении, ГПа	5,8–6,0
Модуль упругости, ГПа	165–175
Удлинение при разрыве, %	2,0
Линейная плотность, текс	60

На базе НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ разработан модифицированный метод вытягивания из «узла», который заключается в следующем [17]. На специальной установке углеродный жгут пропускают через ванну с термореактивным эпоксидным связующим и наматывают на рамки с заданной на пульте управления скоростью. Для формирования адгезионной ячейки на пропитанный углеродный жгут, намотанный на рамку, наносят каплю того же связующего. Далее проводят затягивание узла из арамидного волокна согласно рекомендациям, которые приведены в научно-технической литературе.

Способ затягивания узла на пропитанном участке неотвержденного микропластика представлен на рис. 3.

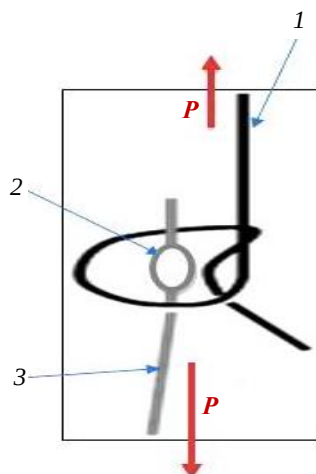


Рис. 3. Схема формирования адгезионной ячейки: 1 – арамидный жгут Русар-НТ; 2 – капля эпоксидного связующего ВСЭ-30; 3 – углеродное волокно (P – нагрузка)

Чтобы определить адгезионную прочность между термореактивной матрицей и углеродными волокнами разных производителей, использованы метод, представленный в работе [17], и метод pull out [19–22]. Образцы, которые испытывали методом pull out, получали на специализированном приборе, представленном в МГТУ им. Н.Э. Баумана [18, 21, 22].

В целях обеспечения целостности микропластика, который зажимается в испытательной машине, его края обматывают клейкой лентой (рис. 4).

При растяжении образцов в разрывной машине происходит разрушение связи между углеродным волокном и матрицей, соответствующее максимуму усилия на деформационной кривой. Адгезионную прочность при сдвиге рассчитывали согласно формуле

$$\sigma = P/S,$$

где P – нагрузка, Н; S – площадь адгезионного контакта, мм².

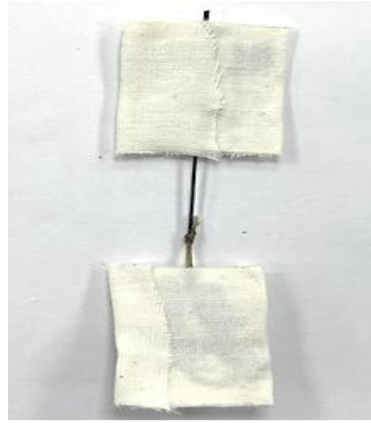


Рис. 4. Типовой образец для испытаний на вытягивание из «узла»

Площадь адгезионного контакта рассчитывали по формуле [32, 33]

$$S = \frac{2\pi}{\varphi} \sqrt{\frac{T_1 T_2}{\rho_1 \rho_2}},$$

где ρ_1 и ρ_2 – плотность углеродного жгута и арамидной нити соответственно, г/см³; T_1 и T_2 – линейная плотность углеродного жгута и арамидной нити соответственно, текс; φ – степень наполнения (согласно данным работы [32], $\varphi = 0,87$).

Метод, представленный в работе [17], по сравнению с методом pull out технически проще и менее трудоемок.

Для определения смачиваемости углеродных волокон эпоксидным связующим использован метод, описанный в работе [30] (рис. 5). Метод заключается в следующем [17, 18]. На две опорные рамы натягивают жгут из углеродного волокна. По центру натянутого жгута углеродных волокон наносят каплю связующего ВСЭ-30, отобранного с помощью пластиковой пипетки. После растекания капли и пропитки волокон связующим рамку помещают в термощкаф для отверждения пропитанного участка. После отверждения полученный участок вырезают из жгута и взвешивают на аналитических весах.

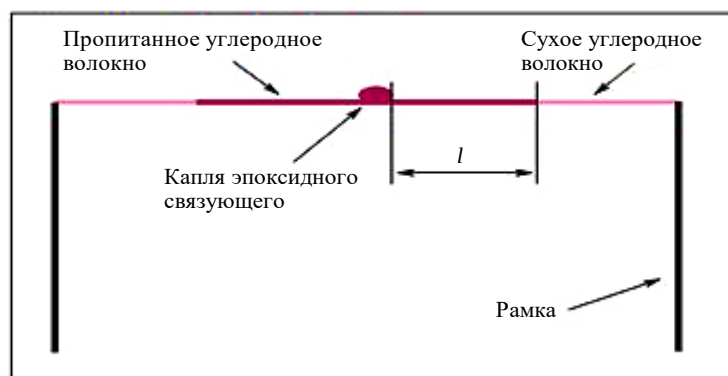


Рис. 5. Схема метода оценки смачиваемости углеродного волокна эпоксидным связующим (l – длина пропитанной части) [30]

Далее определяют длину пропитанного связующим участка и рассчитывают массу связующего на этом участке.

Масса волокна на пропитанном участке рассчитывается по формуле

$$m_f = l \rho_{lin},$$

где ρ_{lin} – линейная плотность волокна, текс; l – длина пропитанного участка, мм.

Масса отвержденного эпоксидного связующего на пропитанном участке определяется по формуле

$$m_r = m - m_f,$$

где m_r – масса эпоксидной смолы, которая впиталась в результате смачивания углеродного волокна, г; m_f – масса углеродного волокна, г; m – масса пропитанного участка, г.

Массовую долю связующего рассчитывают по формуле

$$M = \frac{m_r}{m} \cdot 100 \, \%.$$

Далее определяют отношение длины пропитанного участка к массовой доле связующего на этом участке – коэффициент K , который характеризует смачиваемость жгута в динамических условиях растекания:

$$K = l/M.$$

В работе [30] для оценки смачиваемости использовали только длину пропитанной части l . По мнению авторов данной статьи, соотношение l/M более точно характеризует смачивание в условиях пропитки.

Для исследования поверхности углеродных филаментов проводили удаление аппрета согласно ГОСТ Р ИСО 10548–2012.

Результаты и обсуждение

По результатам проведения испытаний на определение величины адгезионной прочности модифицированным методом вытягивания из «узла» и оценке смачиваемости методом, предложенным в литературе [30], были получены результаты, представленные в табл. 4. В целях правильного определения среднего значения адгезионной прочности необходимо провести испытания образцов с тремя различными величинами площади контакта. Этого можно достичь с помощью варьирования количества арамидных жгутов перед затягиванием узла.

Таблица 4

**Адгезионная прочность, измеренная методом вытягивания из «узла»,
и смачиваемость углеродных волокон отечественного
и зарубежных производителей с эпоксидным связующим ВСЭ-30**

Показатель	Значения показателей для углеродного волокна											
	УВІ			УВІІ			УВІІІ			УВІV		
Номер варианта	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Площадь контакта, мм ²	1,07	1,31	1,51	1,10	1,30	1,50	4,04	4,32	5,18	4,08	4,37	4,88
Адгезионная прочность в выборке, МПа:												
минимальная	78,6	78,2	74,9	52,8	58,8	58,1	52,6	57,7	47,5	53,5	65,5	56,2
средняя	84,2	96,0	80,9	63,3	73,3	73,4	62,6	62,5	63,9	61,3	72,3	63,6
максимальная	88,1	104,6	86,5	73,7	83,2	84,7	71,4	67,4	78,6	72,8	82,4	71,4
Среднее значение адгезионной прочности, МПа	87,0			70,0			63,0			65,7		
Коэффициент смачиваемости жгута (среднее значение)	60,0			33,5			31,8			57,2		
Содержание аппрета, %	1,12			1,00			1,00			1,00		

Для подтверждения данных, полученных с помощью модифицированного метода вытягивания из «узла», определена величина адгезионной прочности между углеродным волокном УВІ и связующим ВСЭ-30 методом pull out.

Средний показатель адгезионной прочности между углеродным волокном производства КНР и эпоксидным связующим ВСЭ-30 при трех глубинах погружения мононити составил 84,0 МПа.

Согласно результатам, представленным в табл. 4, наибольшей адгезией к связующему ВСЭ-30 обладают волокна УВІ, наименьшей – волокна марки УМТ49S-12K (УВІІ). Самое низкое значение коэффициента смачиваемости, который определен с помощью метода представленного в работе [30], также имеет углеродное волокно УВІІІ. Вероятно, это связано с несколькими факторами: поверхностью и формой сечения углеродного волокна, количеством и химической совместимостью аппрета с наполнителем.

Для оценки смачиваемости углеродных волокнистых наполнителей эпоксидным связующим проведены исследования их поверхности. С помощью сканирующего электронного микроскопа получены фотографии поверхности углеродных волокон без аппрета (рис. 6).

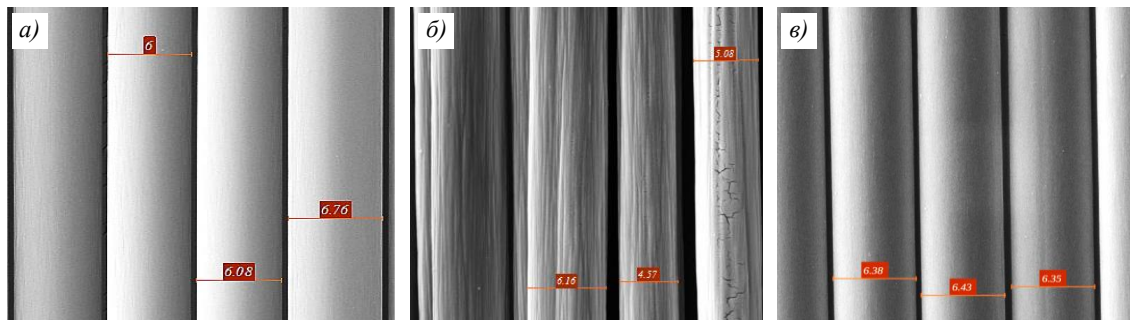


Рис. 6. Фотографии ($\times 5000$) углеродных волокон УВІ (а), УВІІІ (б) и УВІV(в) после удаления аппрета

Согласно данным табл. 4, наибольшее количество аппрета находится на поверхности углеродного волокна производства КНР. Оно обладает наилучшей адгезионной прочностью и коэффициентом смачиваемости.

Можно отметить, что российское углеродное волокно имеет фибриллизованную поверхность (рис. 6, б), что может оказывать влияние на смачиваемость. Кроме того, на смачиваемость углеродного волокна могут влиять рельеф его поверхности, содержание аппрета и геометрическая форма сечения элементарного волокна [34].

Заключения

Углеродное волокно производства КНР обладает наилучшим средним значением адгезионной прочности со связующим ВСЭ-30. Вероятно, это связано с тем, что оно имеет сечение круглой формы и наибольшее количество аппрета на поверхности.

Углеродное волокно УВІІ имеет среднее значение адгезионной прочности со связующим ВСЭ-30 (70,0 МПа), которое находится в диапазоне, ограниченном значениями для углеродных волокон УВІ и УВІV (87,0 и 65,7 МПа соответственно).

Значения показателей адгезионной прочности углеродных волокон УВІІІ и УВІV с эпоксидным связующим ВСЭ-30 близки, однако углеродное волокно УВІV имеет лучшую смачиваемость за счет гладкой поверхности.

Наименьшие показатели адгезионной прочности и смачиваемости углеродного волокна УВІІІ связующим ВСЭ-30 могут быть связаны с тем, что оно имеет фибриллизованную поверхность. Кроме того, влияние может оказывать и геометрическая форма сечения филаментов.

Установлено, что величина адгезионной прочности для углеродных волокон с одинаковой линейной плотностью (УВІ и УВІІ) коррелирует с коэффициентом смачиваемости.

Работа выполнена в рамках реализации комплексного научного направления 13. «Полимерные композиционные материалы» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Благодарности

Авторы выражают благодарность ведущему научному сотруднику, к.т.н. А.И. Гуляеву и ведущему инженеру Е.В. Куршеву за предоставленные снимки углеродных волокон.

Список источников

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Рудской А.И. Технологическая наследственность при производстве и эксплуатации конструкционных материалов // *Технология металлов*. 2019. № 2. С. 2–10.
3. Ткачук А.И., Донецкий К.И., Терехов И.В., Каравасев Р.Ю. Применение термореактивных связующих для изготовления полимерных композиционных материалов методами безавтоклавного формования // *Авиационные материалы и технологии*. 2021. № 1 (62). С. 22–33. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 02.09.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33.
4. Яруллин Р.Р. Модификация эпоксидных смол как способ получения композиционных материалов с заданными физико-механическими характеристиками (обзор) // *Пластические массы*. 2024. № 5. С. 11–17. DOI: 10.35164/0554-2901-2024-05-11-17.
5. Войтенко В.А., Привалова Н.М. Модификация компаундов на основе эпоксидных смол // *Научные труды КубГТУ*. 2019. № 7. С. 288–295.
6. Максимова Ю.Р., Шабалкина Т.Ю., Юманова Л.А. и др. Модификация эпоксидной смолы фурфуроловым спиртом // *Научные известия*. 2022. № 29. С. 232–234.
7. Любимогов А.А., Хамзина Д.А., Борисов С.В. и др. Модификация эпоксидной смолы ЭД-20 фосфатами меди и аммония // *Клей. Герметики. Технологии*. 2025. № 5. С. 42–48. DOI: 10/31044/1813-7008-2025-0-5-42-48.
8. Киляков Д.А., Татарканов А.А. Модификация эпоксидных смол углеродными нанотрубками (обзор) // *Теория и практика приоритетных научных исследований: сб. науч. тр. по материалам X Междунар. науч.-практ. конф.* Смоленск: Наукосфера, 2019. С. 44–49.
9. Мухамедгалиев Б.А. Разработка технологии модификации эпоксидной смолы ЭД-20 фосфорсодержащими полимерами // *Химическая промышленность сегодня*. 2005. № 3. С. 44–47.
10. Садыгов Ш.Ф., Ищенко Н.Я., Назаралиев Х.Г., Агаева С.А. Галоидсодержащие модификаторы для эпоксидных смол // *Пластические массы*. 2011. № 4. С. 24–26.
11. Мухаметов Р.Р., Петрова А.П. Термореактивные связующие для полимерных композиционных материалов (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2019. № 3 (56). С. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.
12. Нурмухаметова А.Н., Хамидуллин А.Р., Зенитова Л.А. Углеродное волокно. Получение, модификация, свойства, области применения // *Бутлеровские сообщения*. 2020. Т. 62. № 5. С. 1–44.
13. Григорян Н.С., Губанов А.А., Ваграмян Т.А., Коршак Ю.В. Электрохимическая модификация поверхности углеродного волокна // *Журнал прикладной химии*. 2015. Т. 88. № 7. С. 1059–1065.
14. Андрианова Н.Н., Борисов А.М., Воробьева Е.А. и др. Модификация поверхности углеродного волокна при облучении ионами плазмы с энергиями от сотен эВ до десятков кэВ // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2024. Т. 15. № 3. С. 224–231. DOI: 10.56304/S2079562923030028.
15. Морозов С.В. Влияние модификации поверхности углеродных волокон на физико-механические характеристики углепластиков // *Ползуновский вестник*. 2022. № 1. С. 134–138.
16. Клименко И.В. Углеродные волокна на основе пека: состояние производства и модификация свойств // *Химическая физика*. 2022. Т. 41. № 2. С. 70–77.
17. Иваньков Р.Р. Определение прочности адгезионной связи между углеродными волокнами и эпоксидной матрицей // *Физико-механические испытания, прочность и надежность современных конструкционных и функциональных материалов: материалы XVII Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат»*. М., 2025. С. 140–162.
18. Иваньков Р.Р., Сидорина А.И., Котомин С.В. Определение прочности адгезионной связи между российскими углеродными волокнами и эпоксидной матрицей методом вытягивания из «узла» // *Труды ВИАМ*. 2025. № 12 (154). С. 170–184. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-12-170-184.

19. Горбаткина Ю.А. Адгезионная прочность в системах полимер–волокно. М.: Химия, 1987. 192 с.
20. Горбаткина Ю.А., Журавлева О.А., Иванова-Мумжиева В.Г., Чеботарев В.П. Влияние молекулярной массы полисульфона на адгезию эпоксиполисульфоновых связующих к волокнам // Пластические массы. 2017. № 5–6. С. 14–17.
21. Нелюб В.А., Гуськов А.М., Белов П.А. К проектированию углепластиков на растяжение с учетом адгезии волокна к матрице // Актуальные проблемы гуманитарных и естественных наук. 2014. № 12-1. С. 62–66.
22. Нелюб В.А. Экспериментальная оценка модуля упругости адгезионной связи системы эпоксидная матрица – углеродное волокно с металлическим покрытием // Современные наукоемкие технологии. 2019. № 6. С. 96–100.
23. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Уткин Д.А. Методы определения механических характеристик материалов с помощью индентирования (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2021. № 1 (62). С. 104–118. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-104-118.
24. Гуляев А.И. Измерение адгезионной прочности «волокно–матрица» с применением наноиндентирования (обзор) // Труды ВИАМ. 2019. № 3 (75). С. 68–78. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-68-78.
25. Тимошков П.Н., Гончаров В.А., Усачева М.Н., Хрульков А.В. Особенности технологии и полимерные композиционные материалы для изготовления крыльев перспективных самолетов (обзор) // Труды ВИАМ. 2022. № 1 (107). С. 66–75. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-66-75.
26. Белинис П.Г., Донецкий К.И., Лукьяненко Ю.В., Рогожников В.Н., Майер Ю., Быстрикова Д.В. Объемно-армирующие цельнотканые преформы для изготовления полимерных композиционных материалов (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-18-26.
27. Рехвиашвили С.Ш., Кишტიкова Е.В. Поверхностное натяжение, линейное натяжение и краевой угол смачивания малой капли в изотермических условиях // Физикохимия поверхности и защита материалов. 2014. Т. 50. № 1. С. 3–7. DOI: 10.7868/S0044185614010112.
28. Валуева М.И., Зеленина И.В., Хасков М.А., Гуляев А.И. Подготовка углеродного волокна к нанесению интерфазного покрытия для композиционных материалов с керамической матрицей // Труды ВИАМ. 2017. № 10 (58). С. 79–89. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-9-9.
29. Злобина И.В., Бекренев Н.В., Чуриков Д.О. Оценка смачиваемости наполнителя связующим в процессе изготовления препрега с воздействием ультразвука для трехмерной печати филаментами, армированными непрерывным углеродным волокном // Известия Саратовского университета. Новая серия. Серия: Физика. 2024. Т. 24. № 1. С. 52–61. DOI: 10.18500/1817-3020-2024-24-1-52-61.
30. Ilyin S.O., Kotomin S.V. The effect of nanoparticles and their anisometry on the adhesion and strength of hybrid epoxy nanocomposites reinforced with carbon fiber // Journal of Composites Science. 2023. Vol. 7. No. 4. P. 147.
31. Кудрявцева А.Н., Ткачук А.И., Григорьева К.Н., Гуревич Я.М. Использование связующего марки ВСЭ-30, перерабатываемого по инфузионной технологии, для изготовления низко- и средненагруженных деталей конструкционного назначения // Труды ВИАМ. 2019. № 1 (73). С. 31–39. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.10.2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-31-39.
32. Котомин С.В., Обидин И.М., Павлючкова Е.А. Расчет прочности адгезионной связи армирующих волокон с полимерами по методу «петли» // Механика композитных материалов. 2022. Т. 58. № 1. С. 197–212.
33. Котомин С.В., Обидин И.М., Павлючкова Е.А. Масштабный фактор при испытании адгезионно-клеевых соединений гетероарамидных нитей методом «петли» // Клеи. Герметики. Технологии. 2023. № 11. С. 35–40.
34. Гуляев А.И., Медведев П.Н., Сбитнева С.В., Петров А.А. Экспериментальное исследование по оценке адгезионной прочности «волокно–матрица» в углепластиках на основе эпоксидного связующего, модифицированного полисульфоном // Авиационные материалы и технологии. 2019. № 4 (57). С. 80–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-80-86.

References

1. Kablov E.N. Innovative developments of FSUE «VIAM» SSC of RF on realization of «Strategic directions of the development of materials and technologies of their processing for the period until 2030». *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2015, no. 1 (34), pp. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Rudskoy A.I. Technological heredity in the production and operation of structural materials. *Tekhnologiya metallov*, 2019, no. 2, pp. 2–10.
3. Tkachuk A.I., Donetsky K.I., Terekhov I.V., Karavaev R.Yu. The use of thermosetting matrices for the manufacture of polymer composite materials by the non-autoclave molding methods. *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 22–33. Available at: <https://www.journal.viam.ru> (accessed: September 02, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33.
4. Yarullin R.R. Modification of epoxy resins as a method for producing composite materials with specified physical and mechanical characteristics (review). *Plasticheskie massy*, 2024, no. 5, pp. 11–17. DOI: 10.35164/0554-2901-2024-05-11-17.
5. Voitenko V.A., Privalova N.M. Modification of compounds based on epoxy resins. *Nauchnye trudy KubGTU*, 2019, no. 7, pp. 288–295.
6. Maksimova Yu.R., Shabalkina T.Yu., Yumanova L.A. et al. Modification of epoxy resin with furfuryl alcohol. *Nauchnye izvestiya*, 2022, no. 29, pp. 232–234.
7. Lyubibogov A.A., Khamzina D.A., Borisov S.V. et al. Modification of ED-20 epoxy resin with copper and ammonium phosphates. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2025, no. 5, pp. 42–48. DOI: 10/31044/1813-7008-2025-0-5-42-48.
8. Kilyakov D.A., Tatarkanov A.A. Modification of epoxy resins with carbon nanotubes (review). *Theory and practice of priority scientific research: Coll. of sci. papers based on the materials of the X Int. Sci. and Pract. Conf.* Smolensk: Naukosfera, 2019, pp. 44–49.
9. Mukhamedgaliev B.A. Development of a technology for modifying ED-20 epoxy resin with phosphorus-containing polymers. *Khimicheskaya promyshlennost segodnya*, 2005, no. 3, pp. 44–47.
10. Sadygov Sh.F., Ishchenko N.Ya., Nazaraliev Kh.G., Agaeva S.A. Halogen-containing modifiers for epoxy resins. *Plasticheskie massy*, 2011, no. 4, pp. 34–26.
11. Mukhametov R.R., Petrova A.P. Thermosetting binders for polymer composites (review). *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2019, no. 3 (56), pp. 48–58. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-3-48-58.
12. Nurmukhametova A.N., Khamidullin A.R., Zenitova L.A. Carbon fiber. Obtaining, modification, properties, areas of application. *Butlerovskiye soobshcheniya*, 2020, vol. 62, no. 5, pp. 1–44.
13. Grigoryan N.S., Gubanov A.A., Vagramyan T.A., Korshak Yu.V. Electrochemical modification of the surface of carbon fiber. *Zhurnal prikladnoy khimii*, 2015, vol. 88, no. 7, pp. 1059–1065.
14. Andrianova N.N., Borisov A.M., Vorobyova E.A. et al. Modification of the Carbon Fiber Surface by Irradiation with Plasma Ions with Energies from Hundreds of eV to Tens of KeV. *Yadernaya fizika i inzhiniring*, 2024, vol. 15, no. 3, pp. 224–231. DOI: 10.56304/S2079562923030028.
15. Morozov S.V. Influence of Carbon Fiber Surface Modification on the Physicomechanical Characteristics of Carbon Fiber Reinforced Plastics. *Polzunovskiy Vestnik*, 2022, no. 1, pp. 134–138.
16. Klimenko I.V. Pitch-Based Carbon Fibers: State of Production and Property Modification. *Khimicheskaya fizika*, 2022, vol. 41, no. 2, pp. 70–77.
17. Ivankov R.R. Determination of the strength of the adhesive bond between carbon fibers and an epoxy matrix. *Physical and mechanical tests, strength and reliability of modern structural and functional materials: Proc. XVII All-Rus. Conf. on Testing and Research of Material Properties «TestMat»*. Moscow, 2025, pp. 140–162.
18. Ivankov R.R., Sidorina A.I., Kotomin S.V. Determination of the strength of the adhesive bond between Russian carbon fibers and an epoxy matrix using the «loop» pull-out test. *Trudy VIAM*, 2026, no. 12 (154), pp. 170–184. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-12-170-184.
19. Gorbatkina Yu.A. *Adhesion strength in polymer-fiber systems*. Moscow: Khimiya, 1987, 192 p.
20. Gorbatkina Yu.A., Zhuravleva O.A., Ivanova-Mumzhieva V.G., Chebotarev V.P. Effect of polysulfone molecular weight on the adhesion of epoxy-polysulfone binders to fibers. *Plasticheskie massy*, 2017, no. 5–6, pp. 14–17.
21. Nelyub V.A., Guskov A.M., Belov P.A. On the design of carbon fiber-reinforced plastics for tensile testing taking into account fiber adhesion to the matrix. *Aktualnye problemy gumanitarnykh i yestestvennykh nauk*, 2014, no. 12-1, pp. 62–66.

22. Nelyub V.A. Experimental evaluation of the elastic modulus of the adhesive bond of the epoxy matrix – carbon fiber with a metal coating system. *Sovremennye naukoymkie tekhnologii*, 2019, no. 6, pp. 96–100.
23. Oreshko E.I., Erasov V.S., Yakovlev N.O., Utkin D.A. Methods for determining the mechanical characteristics of materials using indentation (review). *Aviation materials and technology*, 2021, no. 1 (62), pp. 104–118. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-104-118.
24. Gulyayev A.I. Fiber-matrix adhesion strength measurement using nanoindentation (review). *Trudy VIAM*, 2019, no. 3 (75), pp. 68–78. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-3-68-78.
25. Timoshkov P.N., Goncharov V.A., Usacheva M.N., Khrulkov A.V. Features of technology and polymer composite materials for the manufacture of wings of advanced aircraft (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 1 (107), pp. 66–75. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-1-66-75.
26. Belinis P.G., Donetskii K.I., Lukyanenko Yu.V., Rogozhnikov V.N., Mayer Yu., Bystrikova D.V. Volume reinforcing solid-woven preforms for manufacturing of polymer composite materials (review). *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 18–26. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-18-26.
27. Rekhviashvili S.Sh., Kishtikova E.V. Surface tension, linear tension and contact angle of a small drop under isothermal conditions. *Fizikokhimiya poverkhnosti i zashchita materialov*, 2014, vol. 50, no. 1, pp. 3–7. DOI: 10.7868/S0044185614010112.
28. Valueva M.I., Zelenina I.V., Khaskov M.A., Gulyaev A.I. Preparation of carbon fibers to interphase coating deposition for ceramic matrix composites. *Trudy VIAM*, 2017, no. 10 (58), pp. 79–89. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-9-9.
29. Zlobina I.V., Bekrenev N.V., Churikov D.O. Evaluation of filler wettability by binder in the process of ultrasound-assisted prepreg manufacturing for three-dimensional printing with continuous carbon fiber-reinforced filaments. *Izvestiya Saratovskogo universiteta. Novaya seriya. Ser.: Fizika*, 2024, vol. 24, no. 1, pp. 52–61. DOI: 10.18500/1817-3020-2024-24-1-52-61.
30. Ilyin S.O., Kotomin S.V. The effect of nanoparticles and their anisometry on the adhesion and strength of hybrid epoxy nanocomposites reinforced with carbon fiber. *Journal of Composites Science*, 2023, vol. 7, no. 4, p. 147.
31. Kudryavtseva A.N., Tkachuk A.I., Grigorieva K.N., Gurevich Ya.M. The use of epoxy resin system VSE-30, processed by the infusion technology, for the manufacture of low and medium loaded structural polymer composite materials. *Trudy VIAM*, 2019, no. 1 (73), pp. 31–39. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: October 15, 2025). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-31-39.
32. Kotomin S.V., Obidin I.M., Pavlyuchkova E.A. Calculation of the strength of the adhesive bond of reinforcing fibers with polymers using the «loop» method. *Mekhanika kompozitnykh materialov*, 2022, vol. 58, no. 1, pp. 197–212.
33. Kotomin S.V., Obidin I.M., Pavlyuchkova E.A. Scale factor in testing adhesive-glue joints of heteroaramid yarns using the «loop» method. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2023, no. 11, pp. 35–40.
34. Gulyaev A.I., Medvedev P.N., Sbitneva S.V., Petrov A.A. Experimental research of «fiber–matrix» adhesion strength in carbon fiber epoxy/polysulphone composite. *Aviacionnye materialy i tekhnologii*, 2019, no. 4 (57), pp. 80–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-4-80-86.

Информация об авторах

Иваньков Роман Русланович, инженер 2 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru; аспирант, МГТУ им. Н.Э. Баумана, bauman@bmstu.ru

Сидорина Александра Игоревна, начальник лаборатории, к.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Котомин Сергей Владимирович, профессор, д.х.н., МГТУ им. Н.Э. Баумана, bauman@bmstu.ru

Information about the authors

Roman R. Ivankov, Second Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru; Graduate Student, Bauman Moscow State Technical University, bauman@bmstu.ru

Aleksandra I. Sidorina, Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Sergey V. Kotomin, Professor, Doctor of Sciences (Chem.), Bauman Moscow State Technical University, bauman@bmstu.ru

Статья поступила в редакцию 02.04.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 06.04.2026.
The article was submitted 02.04.2026; approved and accepted for publication after reviewing 06.04.2026.

Научная статья

УДК 678.8:699.81

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-166-175

ВЛИЯНИЕ ПРОСТРАНСТВЕННОЙ ОРИЕНТАЦИИ НАПОЛНИТЕЛЯ В ОДНОНАПРАВЛЕННЫХ УГЛЕПЛАСТИКАХ НА ХАРАКТЕРИСТИКИ ТЕПЛО ВЫДЕЛЕНИЯ ПРИ ГОРЕНИИ

С.Л. Барботько¹, М.М. Боченков¹, О.Н. Клименко¹

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

Аннотация. Исследовано влияние пространственной ориентации наполнителя в однонаправленных полимерных композиционных материалах на характеристики пожарной опасности – тепловыделения при горении. В качестве исследуемых материалов выбраны углепластики на основе углеродного жгута и однонаправленной углеродной ткани. Установлено, что в зависимости от ориентации образца в держателе при проведении испытания (направление волокон наполнителя $[0^\circ]$ (вертикальное) или $[90^\circ]$ (горизонтальное)) меняется максимальная интенсивность выделения тепла.

Ключевые слова: пожаробезопасность, тепловыделение при горении, полимерный композиционный материал, углепластик, однонаправленный материал, влияние схемы армирования

Для цитирования: Барботько С.Л., Боченков М.М., Клименко О.Н. Влияние пространственной ориентации наполнителя в однонаправленных углепластиках на характеристики тепловыделения при горении // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 166–175. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-166-175.

Scientific article

THE INFLUENCE OF SPATIAL ORIENTATION OF THE FILLER IN UNIDIRECTIONAL CARBON FIBER REINFORCED PLASTICS ON THE HEAT RELEASE CHARACTERISTICS DURING COMBUSTION

S.L. Barbotko¹, M.M. Bochenkov¹, O.N. Klimenko¹

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

Abstract. This study examined the effect of filler spatial orientation in polymer composite materials on fire hazard characteristics – heat release during combustion. The materials studied were carbon fiber reinforced plastics (CFRPs) based on carbon tow and unidirectional carbon fabric. It was found that depending on the orientation of the specimen in the test holder (vertical filler fiber direction – $[0^\circ]$ or horizontal – $[90^\circ]$), the heat release characteristics change, with the maximum heat release rate changing.

Keywords: fire safety, heat release, polymer composite material, carbon fiber reinforced plastic (CFRP), unidirectional material, influence of reinforcement pattern

For citation: Barbotko S.L., Bochenkov M.M., Klimenko O.N. The influence of spatial orientation of the filler in unidirectional carbon fiber reinforced plastics on the heat release characteristics during combustion. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 166–175. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-166-175.

Введение

По мере развития материаловедения постоянно возрастает применение полимерных материалов в различных отраслях промышленности. Максимальное увеличение объемов использования полимерных материалов для изготовления различных конструктивных элементов наблюдается в отраслях, где наиболее важно получить лучшие весовые характеристики, а именно – в авиационной промышленности и космонавтике [1, 2].

Однако полимерные материалы, по сравнению с широко используемыми конструкционными сплавами на основе железа, алюминия или титана, имеют значительно более высокую способность к воспламенению, т. е. являются более пожароопасными. В связи с этим одним из важнейших направлений развития полимерного материаловедения, наряду с получением более высоких физико-механических характеристик, является создание полимерных связующих, обеспечивающих улучшение пожарной безопасности полимерных композиционных материалов (ПКМ) и конструктивных элементов на их основе [3, 4].

При создании ПКМ с улучшенными характеристиками пожарной безопасности основное внимание уделяется показателям полимерного связующего (термостойкость, теплота сгорания, коксовое число, содержание связующего в ПКМ, режимы переработки) [5, 6]. Но при этом практически не учитываются состав и структура армирующего наполнителя, так как считается, что стеклянный или углеродный наполнитель в условиях пожара является инертным, не разрушается, не образует горючих газов и не воспламеняется. Например, в работе [7] показано, что влиянием типа переплетения на характеристики пожаробезопасности можно пренебречь при условии сохранения одной и той же поверхностной массы наполнителя (ткани стеклянные, углеродные или из термостойких органических волокон) и его химической природы.

Однако имеется ряд данных, подтверждающих, что инертный наполнитель, хотя напрямую не участвует в процессах горения, тем не менее может влиять на изменение пожарной безопасности ПКМ. Например, в работах [8, 9] показано, что наличие наполнителя (стеклоткань, стекловолокно) приводит к снижению термостойкости полимерной матрицы на 10–20 °С.

В работе [10] исследована устойчивость углеродных волокон к окислению. В работе [11] изучено влияние типа наполнителя (стеклянные или углеродные волокна) на характеристики горючести. Показано существенное изменение характеристик в зависимости как от типа, так и от структуры и поверхностной плотности наполнителя.

В работах [12–14] сначала расчетным путем установлено, а затем экспериментально доказано, что при одном и том же содержании связующего и толщине образца в зависимости от поверхностной плотности стеклонаполнителя существенно меняется кинетика прогрева, термодеструкции и последующего тепловыделения при горении стеклопластика.

При проведении испытаний на горючесть текстильных материалов (ткани, ковры) в соответствии с требованиями авиационных норм [15–18] обязательным условием является определение характеристик образцов, вырезанных вдоль как продольного (по основе), так и поперечного (по утку) направления. В настоящее время необходимость проведения испытаний ПКМ с различной схемой армирования в авиационных нормах, как и в действующих вспомогательных документах (Aircraft Materials Fire Test Handbook, Advisory Circular, Technical Standard Order, Methods of Compliance, Policy Statement) Федерального авиационного управления (FAA) США, не прописана. Не предусмотрено учитывать влияние структуры армирования ПКМ и в предложенных к введению FAA изменениях в авиационные нормы и рекомендательные циркуляры.

Фактически единственным зарубежным исключением является комплекс работ, посвященных исследованию влияния схемы изготовления аддитивных материалов на характеристики горючести [19–22]. В этих работах исследовано влияние изготовления

образцов вдоль различных осей (X , Y или Z), а также схемы (узора) заполнения, например линейная, сотовая, гексагональная, крестообразная с различными углами наклона. Показано существенное изменение как длины прогорания, так и продолжительности остаточного горения в зависимости от направления и структуры изготовления образца.

В отечественной работе [23] показано, что структура армирования (однаправленная, орто- или квазиизотропная) может оказывать влияние на характеристики пожарной опасности стеклопластика – изменяются характеристики горючести, дымообразования и тепловыделения при горении.

В работе [24] исследовано влияние структуры армирования углепластика (однаправленная или квазиизотропная) и расположения волокон ($[0^\circ]$ или $[90^\circ]$) при одном направлении армирования и доказано существенное изменение характеристик горючести как по продолжительности остаточного (самостоятельного) горения, так и по длине прогорания. В качестве объяснения влияния схемы армирования (вырезки образцов) на характеристики горючести углепластика с однонаправленной структурой армирования показано существенное изменение теплопроводности в продольном (вдоль жгутов основы), поперечном (вдоль утка) и перпендикулярном (трансверсальном) направлениях. Поскольку очаг пламени воздействует на середину нижней торцевой части поверхности образца, то в зависимости от схемы армирования ($[0^\circ]$ или $[90^\circ]$) существенно меняются кинетика его прогрева по длине и ширине и, как следствие, область термодеструкции, место и интенсивность выхода горючих продуктов, условия их воспламенения.

В отличие от испытаний на горючесть, при испытаниях на дымообразование или тепловыделение образец нагревается тепловым потоком заданной интенсивности в поперечном (трансверсальном) направлении относительно его плоскости. Поэтому ранее предполагали, что изменение схемы армирования ($[0^\circ]$, $[90^\circ]$, ортотропная или квазиизотропная) не должно оказывать существенного влияния на эти характеристики пожарной опасности, хотя при переходе от однонаправленной к ортотропной или квазиизотропной схеме армирования могут меняться условия выхода на поверхность образующихся газообразных продуктов термодеструкции. Но принципиальных различий между результатами испытаний образцов с вертикальной $[0^\circ]$ или горизонтальной $[90^\circ]$ схемами армирования быть не должно.

Однако поджигание образцов при проведении испытаний на тепловыделение и дымообразование осуществляется в нижней части лицевой поверхности вертикально установленного образца маленькой пилотной горелкой и, следовательно, может меняться кинетика распространения пламени и охвата огнем всей поверхности испытываемого образца. Этот эффект должен быть больше при испытаниях на тепловыделение при горении вследствие как большей в 4 раза площади образцов (размер образцов для испытаний на тепловыделение и дымообразование составляет 150×150 и 75×75 мм соответственно), так и точечного воздействия пламени от пилотной горелки.

Все большее применение в авиационной отрасли получают углепластики и трехслойные сотовые панели на их основе [25–27]. Поэтому решено оценить возможное влияние схемы армирования углепластиков на показатели тепловыделения. Этому исследованию посвящена данная работа.

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

Материалы и методы

В качестве объектов исследований выбраны отечественные углепластики на основе эпоксидного связующего [29], жгутового наполнителя и однонаправленной ткани

из углеродного жгута российского производства. В данных материалах отечественный углеродный наполнитель заменяет ранее использовавшийся импортный [30]. Для проведения исследований изготовлены по три партии плит каждой толщины с однонаправленной структурой армирования. Из каждой плиты в соответствии с нормативной документацией вырезаны образцы размером $(150 \pm 1) \times (150 \pm 1)$ мм, за исключением отдельных случаев, описанных далее.

В данном исследовании толщина образцов углепластика с однонаправленной структурой армирования на основе углеродного волокна составила ~ 3 мм (структура армирования $[0^\circ]_{15}$), толщина образцов углепластика с однонаправленной структурой армирования на основе однонаправленной углеродной ткани: $\sim 2,3$; ~ 3 и ~ 4 мм (структуры армирования $[0^\circ]_{13}$, $[0^\circ]_{15}$ и $[0^\circ]_{20}$ соответственно).

Огневые испытания на тепловыделение при горении проводили в соответствии с методом, описанным в ГОСТ Р 57928–2017 и изложенным в Части IV Приложения F российских авиационных норм НЛГ-25. Для проведения испытаний в соответствии с требованиями авиационных норм используется специализированное оборудование – работающий по термопарному методу модифицированный проточный калориметр типа OSU (ASTM E906 Конфигурация А) с установленным тепловым режимом: тепловой поток на образец $35 \text{ кВт/м}^2 (\pm 5 \%)$, расход воздуха через установку $40 \text{ л/с} (\pm 5 \%)$.

Вследствие ограниченной производительности испытательного оборудования весь объем образцов физически невозможно было испытать в один день. Для обеспечения максимальной воспроизводимости результатов все образцы из одной партии испытывали в один день при одной и той же настройке и калибровке оборудования. По возможности испытания образцов материалов одной и той же толщины также старались провести в один день.

В соответствии с требованиями авиационных норм, должны быть испытаны не менее трех образцов каждого вида. Для проведения исследований два одинаковых образца из каждой партии устанавливали в держатели образца с одной ориентацией наполнителя (вертикальной или горизонтальной), а третий образец испытывали с иной (перпендикулярной по отношению к другим образцам) ориентацией.

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

Результаты и обсуждение

Полученные результаты испытаний приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

**Характеристики тепловыделения при горении образцов
однонаправленного углепластика на основе углеродного волокна**

Толщина, мм	Номер партии изготовления	Масса образца, г	Ориентация наполнителя	Максимальная интенсивность тепловыделения (пик), кВт/м ²	Время достижения максимальной интенсивности тепловыделения, с	Общее количество выделившегося за первые 2 мин тепла, кВт·мин/м ²
3,0	1	102,81	$[0^\circ]$	143	119	71
		102,13	$[90^\circ]$	141	112	75
		104,08	$[0^\circ]$	153	114	74
2,7	2	102,17	$[0^\circ]$	144	113	73
		101,49	$[90^\circ]$	143	108	82
		101,42	$[0^\circ]$	146	111	79
2,7	3	104,11	$[0^\circ]$	153	116	74
		104,24	$[90^\circ]$	137	110	82
		103,82	$[0^\circ]$	141	108	80

**Характеристики тепловыделения при горении образцов
однаправленного углепластика на основе направленной углеродной ткани**

Толщина, мм	Номер партии изготовления	Масса образца, г	Ориентация наполнителя	Максимальная интенсивность тепловыделения (пик), кВт/м ²	Время достижения максимальной интенсивности тепловыделения, с	Общее количество выделившегося за первые 2 мин тепла, кВт·мин/м ²
2,3	1	86,78	[0°]	135	111	105
		85,63	[90°]	124	108	104
		86,34	[0°]	133	113	103
	2	85,29	[0°]	124	111	101
		87,22	[90°]	124	112	94
		86,87	[90°]	120	106	98
	3	86,69	[0°]	120	111	95
		86,43	[90°]	117	108	93
		86,79	[0°]	129	108	98
2,9	1	99,60	[0°]	140	127	65
		99,95	[90°]	156	127	64
		97,54	[0°]	162	124	70
	2	98,18	[90°]	139	133	60
		97,99	[0°]	157	126	69
		97,72	[90°]	123	130	54
	3	99,23	[0°]	155	124	64
		98,90	[90°]	130	129	60
		108,74	[0°]	146	125	64
3,9	1	143,37	[0°]	172	167	29
		141,96	[90°]	156	168	32
		142,95	[0°]	177	164	37
	2	142,35	[90°]	168	176	19
		142,19	[0°]	179	170	23
		142,29	[90°]	166	165	27
	3	141,68	[90°]	150	186	20
		141,98	[0°]	166	166	26
		141,16	[90°]	142	173	22

При анализе полученных данных можно отметить следующее.

Для образцов углепластика на основе углеродного волокна (табл. 1) с горизонтальным расположением армирующего наполнителя по сравнению с вертикальным можно отметить более низкие значения максимальной интенсивности выделения тепла при более раннем наступлении пика, а также более высокие значения общего количества тепла, выделившегося за первые 2 мин испытания. Однако эти различия невелики и близки к величине разброса данных между параллельными испытаниями. Для образцов этого углепластика по характеристике максимальной интенсивности выделения тепла (пик) для установленных в держателе образцов с горизонтальным расположением волокон углеродного наполнителя по сравнению с вертикальной ориентацией отмечается меньшее тепловыделение (на ~7 кВт/м², или 5 %). Различие между образцами с различной ориентацией наполнителя по величине общего количества выделившегося тепла составляет ~4,5 кВт·мин/м², или 6 %.

Для углепластика на основе направленной углеродной ткани (табл. 2) на данном этапе исследований не выявлено различий между вертикальной и горизонтальной ориентацией наполнителя в испытываемом образце по характеристикам общего количества тепла, выделившегося за первые 2 мин испытания, и времени наступления максимальной интенсивности тепловыделения. Для образцов этого углепластика различие между значениями максимальной интенсивности выделения тепла в зависимости

от ориентации наполнителя более существенное. Зачастую разница между параллельными испытаниями в зависимости от ориентации наполнителя достигает 10–20 единиц и возрастает по мере увеличения толщины образца. Различие по максимальной интенсивности тепловыделения при вертикальном и горизонтальном направлении армирования для образцов толщиной 2,3 мм составляет ~ 7 кВт/м² (5,5 %), толщиной 2,9 и 3,9 мм: ~ 17 кВт/м² (12 и 10 % соответственно).

Зафиксированным исключением из этого наблюдения является результат испытания первого из партии 2 образца толщиной 2,3 мм. Значения максимальной интенсивности выделения тепла образцов с вертикальной и горизонтальной ориентацией основы в этой партии практически равны. Это можно объяснить тем, что образец с вертикальной ориентацией основы наполнителя имел немного меньшую массу по сравнению с двумя другими образцами из этой же партии.

Результат испытаний образца углепластика на основе однонаправленной углеродной ткани толщиной 2,9 мм из партии 1 с вертикальным армированием не совсем корректный (в табл. 2 выделен жирным шрифтом), так как для испытаний был изготовлен образец меньшего размера (142×142 мм вместо 150×150 мм) и в держателе образец был закреплен выше инициирующей воспламенение нижней пилотной горелки. Вследствие этого пламя нижней воспламеняющей (пилотной) горелки на образец почти не воздействовало, воспламенение образца произошло позже и с меньшей интенсивностью.

Заключения

Установлено, что для углепластиков с однонаправленной структурой армирования при испытаниях на тепловыделение при горении существует различие в максимальной интенсивности выделения тепла в зависимости от пространственной ориентации наполнителя.

Образцы, которые при закреплении в держателе были установлены таким образом, что осуществлялось горизонтальное расположение армирующих волокон (жгутов, основы однонаправленной ткани), имели меньшую интенсивность выделения тепла по сравнению с вертикальной структурой армирования.

Величина различия между данными максимальной интенсивности выделения тепла для однонаправленного углепластика на основе углеродной ткани возрастает при увеличении толщины с 2,3 до 2,9 и 3,9 мм.

В зависимости от толщины материала разница между образцами с различной пространственной ориентацией наполнителя по характеристике максимальной интенсивности выделения тепла составляет от 5 до 12 %.

Список источников

1. Старцев В.О., Антипов В.В., Славин А.В., Горбовец М.А. Современные отечественные полимерные композиционные материалы для авиастроения (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2023. № 2 (71). С. 122–144. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
2. Славин А.В., Донецкий К.И., Хрульков А.В. Перспективы применения полимерных композиционных материалов в авиационных конструкциях в 2025–2035 гг. (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2022. № 11 (117). С. 81–92. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-81-92.
3. Ерасов В.С., Сибяев 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: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.
4. Кан А.Ч., Железина Г.Ф., Кулагина Г.С., Аюпов Т.Р. Пожаробезопасность конструкционных органопластиков, армированных арамидными тканями // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 4 (69). С. 51–60. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-51-60.

5. Вешкин Е.А., Славин А.В., Постнова М.В., Апалькова А.В. Роль температурно-временных условий отверждения в формировании свойств однонаправленного и равнопрочного углепластиков // *Авиационные материалы и технологии*. 2025. № 2 (79). С. 59–71. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
6. Мараховский П.С., Баринов Д.Я., Шорстов С.Ю., Воробьев Н.Н. Вопрос создания физических и математических моделей тепло- и массопереноса при изготовлении деталей методом аддитивных технологий (обзор) // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 2 (67). С. 111–119. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-111-119.
7. Cambell S., Jensen M., Sattayatam P. Flammability Standardization Task Group – Final Reports: Federal Aviation Administration Draft Policy Memo, AMN-115-09-XXX, August 20, 2009; FAA Report DOT/FAA/TC-12/10. 2012. 881 p. URL: www.abbottaerospace.com/downloads/dot-faa-tc-12-10-flammability-standartization-task-group-final-reports-faa-draft-policy-memo-amn-115-09-xxx-8-20-2019/?wpdmdl=375748&ind=1500917973133 (дата обращения: 12.01.2026).
8. Барботько С.Л., Вольный О.С., Кириенко О.А., Шуркова Е.Н. Оценка пожаробезопасности полимерных материалов авиационного назначения / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 408 с.
9. Барботько С.Л. Тепловыделение при горении полимерных материалов авиационного назначения: дис. ... канд. техн. наук. М., 1999. 148 с.
10. Сидорина А.И., Сафронов А.М. Исследование устойчивости углеродных волокон к окислению // *Труды ВИАМ*. 2022. № 7 (113). С. 63–73. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-63-73.
11. Барботько С.Л., Дементьева Л.А., Сереженков А.А. Горючесть стекло- и углепластиков на основе клеевых препрегов // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2008. № 7. С. 29–31.
12. Барботько С.Л., Изотова Т.Ф. Влияние структуры стеклопластика на тепловыделение при горении // *Пожаровзрывобезопасность*. 2011. Т. 20. № 9. С. 17–21.
13. Шуркова Е.Н., Вольный О.С., Изотова Т.Ф., Барботько С.Л. Исследование возможности снижения тепловыделения при горении композиционного материала путем изменения его структуры // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 1. С. 27–30.
14. Гаращенко А.Н., Виноградов А.В., Кобылков Н.В., Никольчинкин А.А., Антипов Е.А. Экспериментальное и расчетное моделирование огне- и теплозащиты композиционных материалов в условиях высокотемпературного воздействия // *Авиационные материалы и технологии*. 2022. № 3 (68). С. 84–97. URL: <http://www.journal.viam.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-84-97.
15. Нормы летной годности самолетов транспортной категории НЛГ 25: утв. приказом Федерального агентства воздушного транспорта от 27 декабря 2022 г. № 961-П. URL: <https://old.favt.gov.ru/public/materials/f/a/2/a/1/fa2a15afd4447e2d98ec15d70297a04a.pdf> (дата обращения: 12.01.2026).
16. Нормы летной годности самолетов транспортной категории: АП-25: утв. Постановлением 28-й сессии Совета по авиации и использованию воздушного пространства. 8-е изд. с поправками 1-11. СПб.: СЗ РЦАИ, 2025. 358 с. URL: <https://armakstandard.com/book/авиационные-правила-25-нормы-летной-годности-самолетов-транспортной-категории-ру-конс-12437> (дата обращения: 12.01.2026).
17. Certification Specifications and Acceptable Means of Compliance for Large Aeroplanes (CS-25). Amendment 28. 1515 p. URL: <https://www.easa.europa.eu/en/document-library/certification-specifications/group/cs-25-large-aeroplanes#cs-25-large-aeroplanes> (дата обращения: 12.01.2026).
18. Federal Regulations. Part 25 – Airworthiness Standards: Transport Category Airplanes. URL: <https://www.ecfr.gov/current/title-14/chapter-I/subchapter-C/part-25?toc=1> (дата обращения: 12.01.2026).
19. Rehn S. Vertical Bunsen Burner Testing of 3-D Printed Material // *International Aircraft Materials Fire Test Forum*. Cologne, 2019. 12 p. URL: <http://www.fire.tc.faa.gov/ppt/materials/June19Meeting/Rehn-0619-AdditiveManufacturing.pptx> (дата обращения: 12.01.2026).
20. Rehn S., Keslar D. Relationship between 3-D printed materials and flammability // *International Aircraft Materials Fire Test Forum*. 2021. 25 p. URL: <https://www.fire.tc.faa.gov/pdf/materials/April21Meeting/Rehn-0421-AdditiveManufacturingTesting.pdf> (дата обращения: 12.01.2026).

21. Keslar D., Rehn S. Relationship between 3-D printed materials and flammability // Tenth Triennial International Aircraft Fire and Cabin Safety Research Conference. 2022. 21 p. URL: http://www.fire.tc.faa.gov/2022Conference/files/Cabin_Flight_Deck_Fire_Protection_I/Keslar3DPrint_Pres.pdf (дата обращения: 12.01.2026).
22. Keslar D., Rehn S. An Evaluation of the Flammability of 3D Printed Part Parameters Using the Vertical Bunsen Burner Test Method: Technical Report DOT/FAA/TCTN-23/65. US Department of Transportation, Federal Aviation Administration, W.J. Hughes Technical Center, 2023. 85 p. URL: <https://www.fire.tc.faa.gov/pdf/tctn23-65.pdf> (дата обращения: 12.01.2026).
23. Барботько С.Л., Вольный О.С., Постнов В.И., Шуркова Е.Н. Исследование влияния структуры армирования на характеристики пожарной опасности стеклопластика // Труды ВИАМ. 2019. № 4 (76). С. 108–120. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-108-120.
24. Барботько С.Л., Вольный О.С., Мараховский П.С. Исследование влияния схемы армирования на характеристики горючести углепластика // Труды ВИАМ. 2019. № 10 (82). С. 103–110. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-103-110.
25. Гуляев И.Н., Павловский К.А. Высокомодульные углепластики для изделий гражданской авиационной техники (обзор) // Труды ВИАМ. 2023. № 3 (121). С. 95–106. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-95-106.
26. Баранников А.А., Вешкин Е.А., Савицкий Р.С., Славин А.В. К вопросу изготовления огнестойких и огнепроницаемых капотов мотогондол силовой установки вертолетной техники из полимерных композиционных материалов. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2025. № 8 (150). С. 123–133. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-123-133.
27. Ерасов В.С., Сибасев 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: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-133-155.
28. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
29. Гамазина А.В., Курносоев А.О., Вавилова М.И., Кочетов Н.Р. Исследование свойств стеклопластика радиотехнического назначения на основе расплавленного связующего ВСЭ-1212 // Труды ВИАМ. 2024. № 12 (142). С. 56–65. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-56-65.
30. Платонов А.А., Душин М.И. Конструкционный углепластик ВКУ-25 на основе однонаправленного препрега // Труды ВИАМ. 2015. № 11. С. 50–54. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 12.01.2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-6-6.

References

1. Startsev V.O., Antipov V.V., Slavin A.V., Gorbovets M.A. Modern domestic polymer composite materials for aviation industry (review). *Aviation materials and technologies*, 2023, no. 2 (71), pp. 122–144. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-2-122-144.
2. Slavin A.V., Donetskii K.I., Khrulkov A.V. Prospects for the use of polymer composite materials in aircraft structures in 2025–2035 (review). *Trudy VIAM*, 2022, no. 11 (117), pp. 81–92. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-11-81-92.
3. 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: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2023-0-1-61-81.

4. Kan A.Ch., Zhelezina G.F., Kulagina G.S., Ayupov T.R. Fire safety of structural organic plastics reinforced with aramid fabrics. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 51–60. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-51-60.
5. Veshkin E.A., Slavin A.V., Postnova M.V., Apalkova A.V. The role of temperature-time curing conditions in the formation of unidirectional and equally strong carbon fiber plastics properties. *Aviation materials and technologies*, 2025, no. 2 (79), pp. 59–71. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2025-0-2-59-71.
6. Marakhovskij P.S., Barinov D.Ya., Shorstov S.Yu., Vorobev N.N. On creation of physical and mathematical models of heat and mass transfer during manufacturing by additive technologies (review). *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 2 (67), pp. 111–119. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-2-111-119.
7. Cambell S., Jensen M., Sattayatham P. Flammability Standardization Task Group – Final Reports: Federal Aviation Administration Draft Policy Memo, AMN-115-09-XXX, August 20, 2009; FAA Report DOT/FAA/TC-12/10, 2012, 881 p. Available at: www.abbottaerospace.com/downloads/dot-faa-tc-12-10-flammability-standartization-task-group-final-reports-faa-draft-policy-memo-amn-115-09-xxx-8-20-2019/?wpdmdl=375748&ind=1500917973133 (accessed: January 12, 2026).
8. Barbotko S.L., Volny O.S., Kiriyeenko O.A., Shurkova E.N. *Fire safety assessment of polymeric materials for aviation purposes*. Ed. E.N. Kablov. Moscow: VIAM, 2018, 408 p.
9. Барботько С.Л. Тепловыделение при горении полимерных материалов авиационного назначения: дис. ... канд. техн. наук. М., 1999, 148 с.
10. Sidorina A.I., Safronov A.M. Study of the resistance of carbon fibers to oxidation. *Trudy VIAM*, 2022, no. 7 (113), pp. 63–73. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2022-0-7-63-73.
11. Barbotko S.L., Dementyeva L.A., Serezhenkov A.A. Combustibility of fiberglass and carbon fiber reinforced plastics based on adhesive prepregs. *Klei. Germetiki. Tekhnologii*, 2008, no. 7, pp. 29–31.
12. Barbotko S.L., Izotova T.F. Influence of fiberglass structure on heat release during combustion. *Pozharovzryvobezopasnost*, 2011, vol. 20, no. 9, pp. 17–21.
13. Shurkova E.N., Volny O.S., Izotova T.F., Barbotko S.L. Research of possibility of decrease in heat release when burning composite material by change of its structure. *Aviacionnye materialy i tehnologii*, 2012, no. 1, pp. 27–30.
14. Garashchenko A.N., Vinogradov A.V., Kobylkov N.V., Nikolchenkin A.A., Antipov E.A. Experimental and computational modeling of fire and thermal protection composite materials under high-temperature exposure. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 3 (68), pp. 84–97. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-3-84-97.
15. *Airworthiness standards for transport category aircraft NLG 25*: approved by Order of the Federal Air Transport Agency dated December 27, 2022 No. 961-P. Available at: <https://old.favt.gov.ru/public/materials/f/a/2/a/1/fa2a15afd4447e2d98ec15d70297a04a.pdf> (accessed: January 12, 2026).
16. *Airworthiness standards for transport category aircraft: AP-25*: approved by Resolution of the 28th session of the Aviation and Airspace Use Council. 8th ed. with amendments 1-11. St. Petersburg: SZ RTsAI, 2025, 358 p. Available at: <https://armakstandard.com/book/авиационные-правила-25-нормы-летней-годности-самолетов-транспортной-категории-ру-конс-12437> (accessed: January 12, 2026).
17. *Certification Specifications and Acceptable Means of Compliance for Large Aeroplanes (CS-25)*. Amendment 28, 1515 p. Available at: <https://www.easa.europa.eu/en/document-library/certification-specifications/group/cs-25-large-aeroplanes#cs-25-large-aeroplanes> (accessed: January 12, 2026).
18. *Federal Regulations. Part 25 – Airworthiness Standards: Transport Category Airplanes*. Available at: <http://https://www.ecfr.gov/current/title-14/chapter-I/subchapter-C/part-25?toc=1> (accessed: January 12, 2026).
19. Rehn S. Vertical Bunsen Burner Testing of 3-D Printed Material. *International Aircraft Materials Fire Test Forum*. Cologne, 2019, 12 p. Available at: <http://www.fire.tc.faa.gov/ppt/materials/June19Meeting/Rehn-0619-AdditiveManufacturing.pptx> (accessed: January 12, 2026).

20. Rehn S., Keslar D. Relationship between 3-D printed materials and flammability. *International Aircraft Materials Fire Test Forum*. 2021. 25 p. Available at: <https://www.fire.tc.faa.gov/pdf/materials/April21Meeting/Rehn-0421-AdditiveManufacturingTesting.pdf> (accessed: January 12, 2026).
21. Keslar D., Rehn S. Relationship between 3-D printed materials and flammability. *Tenth Triennial International Aircraft Fire and Cabin Safety Research Conference*. 2022. 21 p. URL: http://www.fire.tc.faa.gov/2022Conference/files/Cabin_Flight_Deck_Fire_Protection_I/Keslar3DPrint_Pres.pdf (дата обращения: January 12, 2026).
22. Keslar D., Rehn S. *An Evaluation of the Flammability of 3D Printed Part Parameters Using the Vertical Bunsen Burner Test Method: Technical Report DOT/FAA/TCTN-23/65*. US Department of Transportation, Federal Aviation Administration, W.J. Hughes Technical Center, 2023, 85 p. Available at: <https://www.fire.tc.faa.gov/pdf/tctn23-65.pdf> (accessed: January 12, 2026).
23. Barbotko S.L., Volnyj O.S., Postnov V.I., Shurkova E.N. Investigation of the effect of reinforcement structures on fire hazard characteristics of the fiberglass. *Trudy VIAM*, 2019, no. 4 (76), pp. 108–120. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-4-108-120.
24. Barbotko S.L., Volnyj O.S., Marakhovskii P.S. Investigation of the influence of the reinforcement scheme on the combustibility characteristics of carbon fiber reinforced polymer material. *Trudy VIAM*, 2019, no. 10 (82), pp. 103–110. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-103-110.
25. Gulyaev I.N., Pavlovskiy K.A. High modulus carbon plastics for civil aviation equipment (review). *Trudy VIAM*, 2023, no. 3 (121), pp. 95–106. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-3-95-106.
26. Barannikov A.A., Veshkin E.A., Savitsky R.S., Slavin A.V. On the question of manufacturing fire-resistant and fireproof hoods of helicopter power plant engine nacelles from polymer composite materials. Part 1. *Trudy VIAM*, 2025, no. 8 (150), pp. 123–133. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-8-123-133.
27. 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: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2025-0-10-133-155.
28. 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.
29. Gamazina A.V., Kurnosov A.O., Vavilova M.I., Kochetov N.R. Investigation of fiberglass properties based on the melt binder VSE-1212 for radio engineering purposes. *Trudy VIAM*, 2024, no. 12 (142), pp. 56–65. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2024-0-12-56-65.
30. Platonov A.A., Dushin M.I. Carbon composites VKU-25 based on unidirectional prepreps. *Trudy VIAM*, 2015, no. 11, pp. 50–54. Available at: <http://www.viam-works.ru> (accessed: January 12, 2026). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-6-6.

Информация об авторах

Барботко Сергей Львович, начальник сектора, д.т.н., НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Боченков Михаил Михайлович, инженер 1 категории, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Клименко Оксана Николаевна, начальник сектора, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, admin@viam.ru

Information about the authors

Sergey L. Barbotko, Head of Sector, Doctor of Sciences (Tech.), NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Mikhail M. Bochenkov, First Category Engineer, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Oksana N. Klimenko, Head of Sector, NRC «Kurchatov Institute» – VIAM, admin@viam.ru

Статья поступила в редакцию 12.02.2026; одобрена и принята к публикации после рецензирования 13.02.2026.
The article was submitted 12.02.2026; approved and accepted for publication after reviewing 13.02.2026.

Научная статья

УДК 579.69

DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-176-188

**ИДЕНТИФИКАЦИЯ КОЛЛЕКЦИИ МИЦЕЛИАЛЬНЫХ ГРИБОВ
НИЦ «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ» – ВИАМ
МОЛЕКУЛЯРНО-ГЕНЕТИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ*
Часть 3**

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 молекулярно-генетическими методами в Курчатовском геномном центре. Представлены данные идентификации штаммов следующих таксонов: семейство Chaetomiaceae; порядок Pleosporales, роды Nothophoma, Didymella, Epicoccum; порядки Hypocreales и Erysiphales, роды Purpureocillium, Beauveria; класс Leotiomycetes, род Botrytis, семейство Phacidiaceae; класс Dothideomycetes, роды Delphinella, Aureobasidium; семейство Trichocomaceae, род Talaromyces 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 3 // Труды ВИАМ. 2026. № 6 (160). С. 176–188. URL: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-176-188.

Scientific article

**IDENTIFICATION OF THE MYCELIAL FUNGI COLLECTION
OF NRC «KURCHATOV INSTITUTE» – VIAM
BY MOLECULAR GENETIC METHODS
Part 3**

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 NRC «Kurchatov Institute» – VIAM collection was carried out using the methods of genome-wide taxonomy in the Kurchatov Genome Center. The article presents data on the molecular identification of strains of the following taxa: family Chaetomiaceae; order Pleosporales, genera Nothophoma, Didymella, Epicoccum; orders Hypocreales and Erysiphales, genera Purpureocillium, Beauveria; class Leotiomycetes, genus Botrytis, family Phacidiaceae; class Dothideomycetes, genera Delphinella, Aureobasidium; family Trichocomaceae, genus Talaromyces et al.

Keywords: biodeterioration, taxonomic identification, collection of microorganisms, destructive microorganisms, microbiological resistance, microbiological damage, micromycetes, molecular diagnostics, sequencing, phylogenetic analysis

* Часть 1 – см. «Труды ВИАМ», № 4 (158), 2026; часть 2 – см. «Труды ВИАМ», № 5 (159), 2026.

For citation: Krivushina A.A., Startsev V.O. Identification of the mycelial fungi collection of NRC «Kurchatov Institute» – VIAM by molecular genetic methods. Part 3. *Trudy VIAM*, 2026, no. 6 (160), pp. 176–188. Available at: <http://www.viam-works.ru>. DOI: 10.18577/2307-6046-2026-0-6-176-188.

Введение

На протяжении нескольких десятилетий в НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ проводятся комплексные исследования микробиологической стойкости материалов. Этот процесс включает непрерывное выделение и изучение микроорганизмов, колонизирующих поверхности различной техники и конструкций. За годы работы в институте накоплена значительная коллекция микроорганизмов-деструкторов и контаминантов материалов [1–3]. Основу коллекции составляют культуры микроскопических грибов, полученные из образцов материалов и конструктивных элементов, подвергнутых испытаниям на специализированных микробиологических площадках в различных климатических зонах. Кроме того, в лаборатории регулярно проводятся микробиологические анализы эксплуатируемой техники с выявлением признаков микробиологических повреждений. В таких случаях культуры микроорганизмов-деструкторов выделяются непосредственно из пораженных участков. Полученные штаммы представляют особую ценность для дальнейшего изучения их физиологических особенностей и применения в лабораторных тестах на микробиологическую стойкость материалов и изделий.

Коллекция мицелиальных грибов обладает высоким научным и практическим потенциалом. Ее можно использовать для оценки микробиологической стойкости материалов и изделий, а также для определения эффективности биоцидных препаратов, антисептиков и других средств, направленных на борьбу с биоповреждениями. Кроме того, культуры грибов-деструкторов перспективны для разработки технологий переработки отходов и препаратов для биоремедиации, что подчеркивает их значимость для экологических исследований [4–8].

Цель данной работы – таксономическая идентификация культур мицелиальных грибов депозитария НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью методов секвенирования.

Материалы и методы

Подготовлены чашки Петри с питательной средой сусло-агар. Проведена реизоляция 200 культур мицелиальных грибов из замороженных и лиофилизированных препаратов, хранящихся в депозитарии НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, путем посева инокулюма на поверхность питательной среды. Чашки Петри с инокулюмом заклеивали парафильмом 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.

С культур на чашках Петри выделяли геномную ДНК, далее измеряли концентрацию и оценивали качество полученной ДНК, проводили дополнительную очистку. Подготовка библиотек для геномного секвенирования проведена для 100 нг очищенной ДНК культур на чашках Петри. Каждый образец фрагментирован в режиме, оптимальном для получения фрагментов длиной ~(300–400) нуклеотидов. После фрагментации

ДНК очищали от низкомолекулярных фрагментов с помощью магнитных частиц. Качество фрагментации оценено с помощью системы капиллярного электрофореза и набора реагентов (рис. 1).

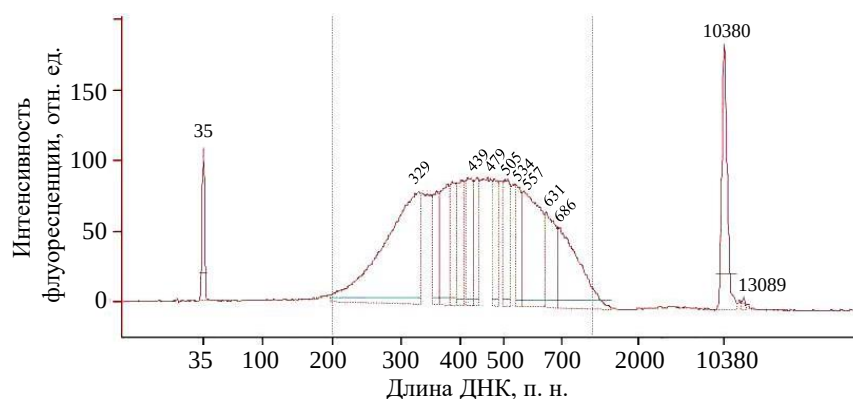


Рис. 1. Электрофореграмма фрагментированной ДНК (35 и 10380 – нижний и верхний маркеры длин)

Дальнейшая подготовка библиотек проведена с помощью набора реагентов для подготовки NGS-библиотек (Next Generation Sequencing – секвенирование нового поколения) и набора адаптеров для секвенирования ДНК.

Процесс получения библиотек включал следующие этапы:

- ферментативное восстановление поврежденных концов ДНК;
- лигирование к фрагментированной ДНК адаптеров для индивидуальной маркировки библиотек;
- наработка библиотек с помощью полимеразной цепной реакции.

Полученные библиотеки очищены от низкомолекулярных фрагментов с помощью магнитных частиц. Подготовка библиотек для геномного секвенирования проведена для 50 нг очищенной ДНК культур на чашках Петри с помощью набора для приготовления библиотек.

Процесс получения библиотек включал следующие этапы:

- ферментативная фрагментация ДНК и лигирование к фрагментированной ДНК адаптеров;
- ввод индексной последовательности для индивидуальной маркировки библиотеки и наработка библиотек с помощью полимеразной цепной реакции.

Полученные библиотеки очищены от низкомолекулярных фрагментов с помощью магнитных частиц. Концентрацию готовых библиотек оценивали на флуориметре с использованием наборов реагентов. Качество готовых библиотек оценивали по электрофореграмме, полученной с помощью системы автоматического электрофореза нуклеиновых кислот и набора реагентов (рис. 2).

После оценки качества библиотеки пулировали эквимолярно. Далее проводили циркуляризацию библиотек, подготовку ДНК-наношариков (DNA-nanoballs) и секвенирование согласно инструкции производителя с использованием парно-концевых прочтений по 150 нуклеотидов [9–11].

Два образца, для которых получено недостаточное количество прочтений, секвенировали с использованием системы парно-концевых прочтений по 150 нуклеотидов.

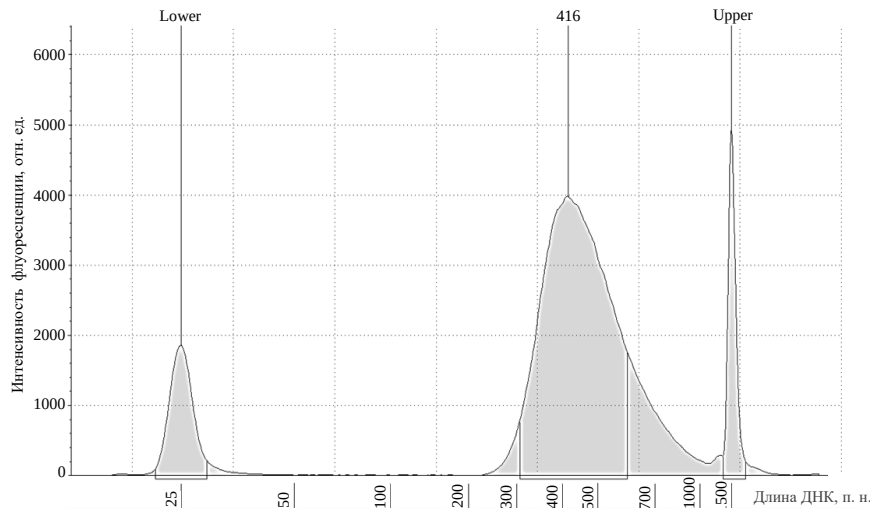


Рис. 2. Библиотека, полученная с помощью набора, для образцов культур на чашках Петри (Lower и Upper – нижний и верхний маркеры длин)

Предварительная обработка прочтений включала три этапа:

- обрезка прочтений по качеству и их фильтрация;
- корректировка прочтений;
- нормализация данных секвенирования.

На этапе обрезки и фильтрации прочтения обработаны: удалены участки прочтений со средним качеством <21 , удалены служебные последовательности (адаптеры), участки полигуанина на концах прочтений длиной >4 нуклеотидов, отброшены прочтения длиной <33 нуклеотидов [12]. В среднем при строгих параметрах фильтрации отфильтровано $<20\%$ нуклеотидов и $<10\%$ прочтений. Усредненные результаты обрезки и фильтрации представлены на рис. 3.

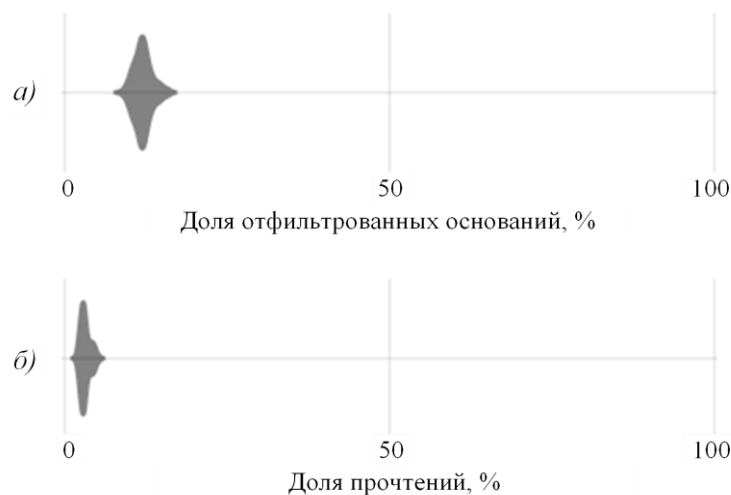


Рис. 3. Распределение плотности вероятности доли отфильтрованных оснований (а) и прочтений (б) по всем образцам

Корректировка прочтений с применением таблиц k -меров выполнена с использованием стандартных настроек по умолчанию и выделением необходимого объема оперативной памяти. Ошибки секвенирования найдены в $\sim 20\%$ прочтений, $>80\%$ обнаруженных ошибок устранено. Корректировка и нормализация данных секвенирования

позволяют получать более качественные геномные сборки за счет уменьшения количества прочтений с ошибками и возможных контаминантов, а также снижения избыточности данных.

Нормализация данных секвенирования выполнена со следующими параметрами: минимальное необходимое и целевое покрытие k -мерами составило 5 и 100 соответственно.

Выбор утилит обусловлен высокой скоростью работы, эффективной параллелизацией и широким набором функций.

De novo сборка геномов выполнена в программе [13], используемой в основном для сборки метагеномов, однако показывающей результаты по качеству сборки на уровне, полученном в работе [14], при этом затрачивается значительно меньше вычислительных ресурсов, что позволяет работать с большими массивами данных. Результаты на тестовом наборе данных также превосходили результаты, полученные с помощью программы [15], используемой для сборки геномов эукариот. Для полученных геномных сборок собрана статистика по количественным характеристикам: суммарная длина генома, N50, количество контигов и др. Полнота и контаминация геномов оценены [16] для набора однокопийных маркерных генов, характерных для царства Fungi. Для девяти геномов (штаммы viam 222, viam 133, viam 037, viam 146, viam 026, viam 205, viam 169, viam 097 и viam 175) доля представленных в одной копии маркерных генов составила <90 %. Для большинства образцов это объясняется фрагментированностью сборки, которой не удастся избежать даже при тщательной предварительной обработке данных секвенирования. Геном штамма viam 121 продемонстрировал долю однокопийных генов в двух и более копиях 5,3 %, что, однако, не помешало дальнейшей работе.

Для всех геномных сборок предсказаны белок-кодирующие гены для последующего функционального анализа и таксономической классификации.

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

Результаты и обсуждение

В предыдущих частях данной статьи представлены результаты молекулярной идентификации штаммов следующих таксонов: порядок *Glomerellales*, род *Colletotrichum*; семейство *Pleosporaceae*; роды *Curvularia* и *Alternaria*, род *Aspergillus* и представители новых порядков класса *Sordariomycetes*; 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.

Далее анализ данных геномных сигнатур [16–19] показал, что штаммы viam 048-1 и viam 040 относятся к семейству *Chaetomiaceae* класса *Sordariomycetes*. Согласно геномным сигнатурам, оба штамма отнесены к роду *Chaetomium*. Однако анализ филогенетического древа показал, что оба штамма имеют значительную глубину ветвления с геномами описанных типовых штаммов (рис. 4, а). Это может свидетельствовать о том, что они представляют собой новые рода.

По анализу данных геномных сигнатур определено, что штаммы viam 137 cl3, viam 132, viam 233, viam 184, viam 245, viam 238, viam 062, viam 228, viam 214, viam 149 и viam 127 относятся к порядку *Pleosporales*, но различаются на уровне семейств. Штамм viam 137 cl3 относится к виду *Nothophoma quercina*, штамм viam 132 – к роду *Didymella*, штаммы viam 062, viam 228, viam 214, viam 149 и viam 127 – к роду *Epicoccum*, а штаммы viam 233, viam 184, viam 245 и viam 238 определены только до порядка *Pleosporales*.

Анализ филогенетического дерева подтверждает принадлежность данных штаммов к порядку *Pleosporales* (рис. 4, б). При этом штамм *viam 137 cl3* формирует глубокую ветвь и, вероятно, является представителем вида *Nothophoma quercina*, геном которого отсутствовал в базе данных типовых штаммов NCBI. Штамм *viam 132*, по-видимому, относится к виду *Didymella glomerata*. Штаммы *viam 062*, *viam 228*, *viam 214*, *viam 149* и *viam 127* могут относиться к роду *Epicoccum*, геном которого также отсутствует в базе данных типовых штаммов. Штаммы *viam 233*, *viam 184*, *viam 245* и *viam 238*, вероятно, образуют новый род порядка *Pleosporales*.

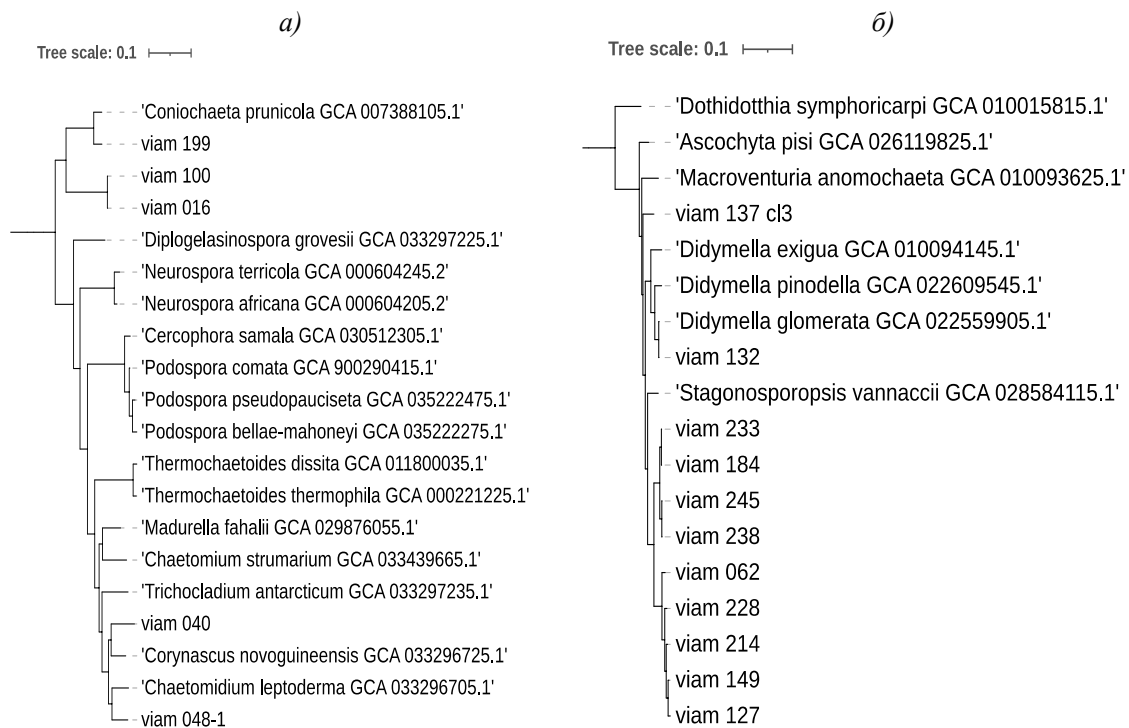


Рис. 4. Фрагменты общего филогенетического дерева царства Fungi, класса *Sordariomycetes* (а) и порядка *Pleosporales* (б), полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

По анализу данных геномных сигнатур определено, что штаммы *viam 111*, *viam 042*, *viam 193* и *viam 162* подразделяются на два порядка – *Hypocreales* и *Erysiphales*. Штаммы *viam 193* и *viam 162* определены до семейства *Cordycipitaceae*, штамм *viam 111* – до вида *Purpureocillium lilacinum* (порядок *Hypocreales*), штамм *viam 042* – до вида *Golovinomyces magnicellulatus*, порядок *Erysiphales*.

Однако, согласно данным филогенетического дерева, все штаммы кластеризуются в пределах порядка *Hypocreales* (рис. 5). Штамм *viam 111* относится к виду *Purpureocillium lilacinum*, а штаммы *viam 193* и *viam 162* кластеризуются с видом *Beauveria rudraprayagi* семейства *Cordycipitaceae*, по-видимому представляя новые виды данного рода. В свою очередь штамм *viam 042* формирует более глубокую ветвь в этом кластере и, возможно, представляет собой новое семейство.

Анализ данных геномных сигнатур показал, что штаммы *viam 080*, *viam 226*, *viam 221* и *viam 178* относятся к классу *Leotiomycetes*. Штаммы *viam 226* и *viam 178* относятся к роду *Botrytis*, при этом штамм *viam 178* определяется как *Botrytis cinerea*. Штаммы *viam 080* и *viam 221* определяются только до отдела *Ascomycota*.

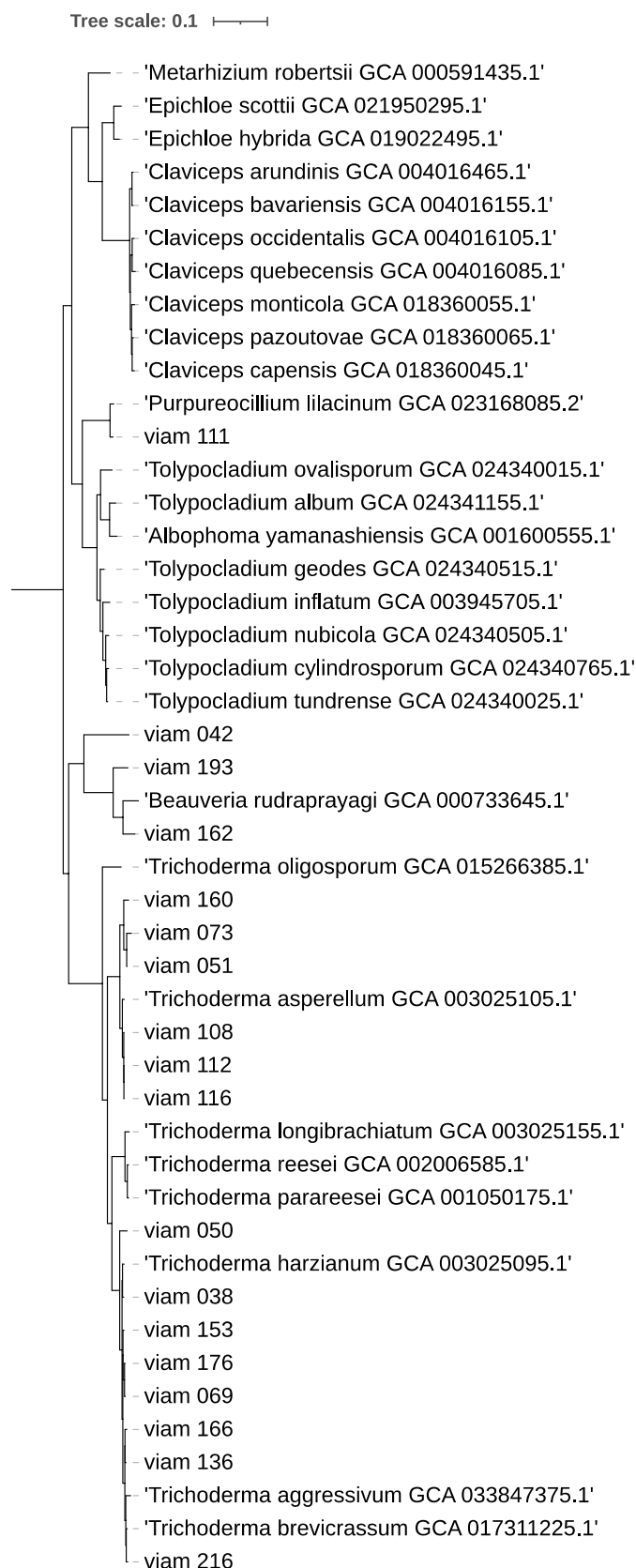


Рис. 5. Фрагмент общего филогенетического древа царства Fungi, порядка *Hypocreales*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Филогенетический анализ демонстрирует принадлежность штаммов viam 226, viam 221 и viam 178 к роду *Botrytis* (рис. 6). Штамм viam 080 кластеризуется с родом *Xenosphaeropsis*, однако глубина ветвления свидетельствует о том, что, возможно, он представляет собой новый род семейства *Phacidiaceae*.

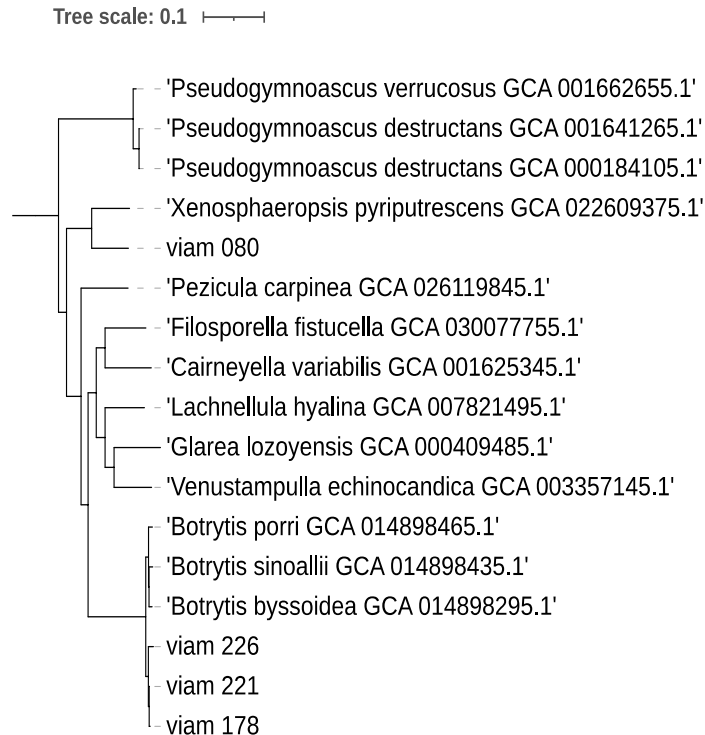


Рис. 6. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, класса *Leotiomycetes*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

В результате анализа данных геномных сигнатур определено, что штаммы viam 147, viam 133, viam 218, viam 200, viam 220, viam 201, viam 097, viam 247, viam 159 и viam 188 относятся к классу *Dothideomycetes*. При этом в порядок *Dothideales* выделены штаммы viam 147 (вид *Delphinella strobiligena*), viam 133, определенный до рода *Aureobasidium*, viam 218 (вид *Aureobasidium pullulans*) и штаммы, относящиеся к виду *Aureobasidium melanogenum*: viam 200, viam 201, viam 220, viam 097 и viam 247. Штамм viam 159 определен только до отдела *Ascomycota*, а штамм viam 188 – до рода *Cercospora*, порядок *Mycosphaerellales*.

По данным филогенетического анализа определено, что штаммы viam 133, viam 200, viam 201, viam 220, viam 097 и viam 247 относятся к роду *Aureobasidium*, при этом штаммы viam 200, viam 201 и viam 220 кластеризуются с видом *Aureobasidium melanogenum*, но, по-видимому, могут быть новыми видами (рис. 7). Штаммы viam 097 и viam 247 ближе всего к виду *Aureobasidium melanogenum*. Штаммы viam 133 и viam 218 кластеризуются с видами *Aureobasidium namibiae* и *Aureobasidium subglaciale*. Однако штамм viam 133 может быть представителем нового вида, а штамм viam 218 относится к виду *Aureobasidium subglaciale*. Штамм viam 147 формирует отдельную ветвь и относится к другому роду, вероятнее всего к *Delphinella*.

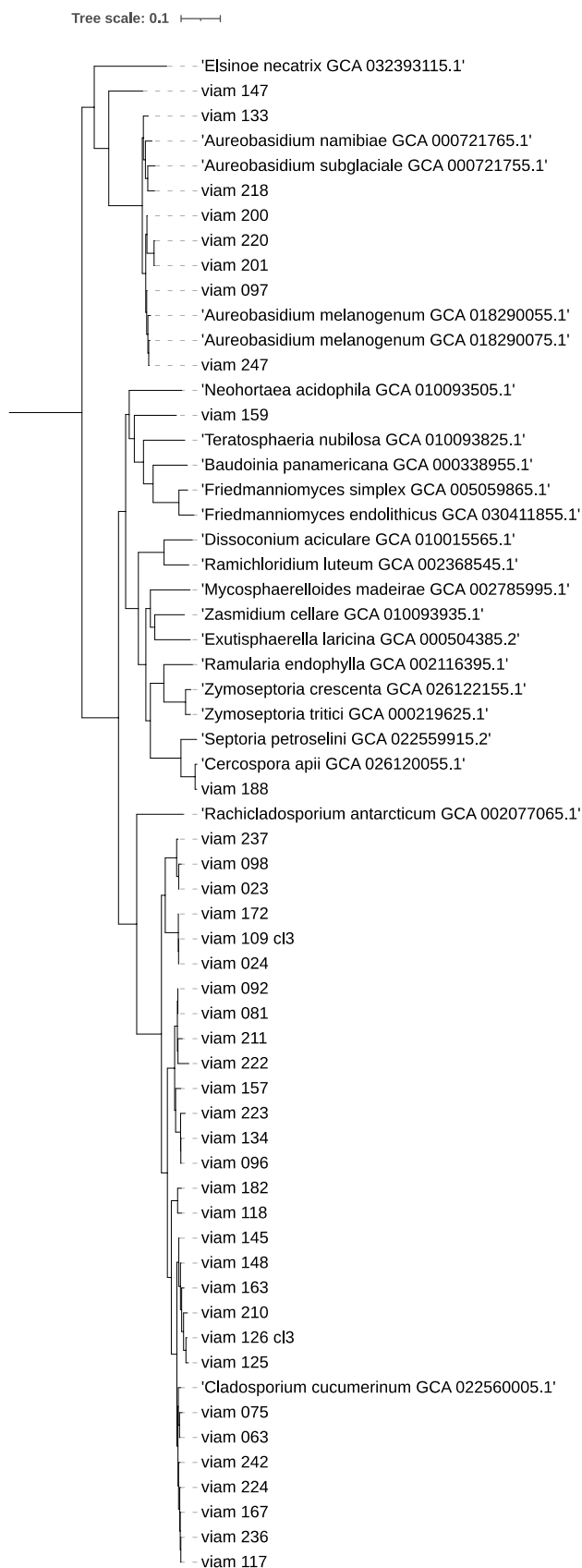


Рис. 7. Фрагмент общего филогенетического древа царства Fungi, класса *Dothideomycetes*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Анализ данных геномных сигнатур показал, что штаммы *viam* 174, *viam* 028, *viam* 143, *viam* 101 и *viam* 102 относятся к одному порядку *Eurotiales*, но к разным семействам. Штаммы *viam* 174 (вид *Talaromyces rugulosu*), *viam* 143 (вид *Talaromyces purpureogenus*), *viam* 101 и *viam* 102 (род *Talaromyces*) относятся к семейству *Trichocomaceae*, в то время как штамм *viam* 028 – к семейству *Aspergillaceae* (что, по-видимому, ошибочно).

Согласно данным филогенетического анализа, все эти штаммы относятся к семейству *Trichocomaceae*. Штаммы *viam* 101, *viam* 102 и *viam*-143, вероятно, относятся к роду *Talaromyces*, штамм *viam* 174 представляет собой новый род, тогда как штамм *viam* 028 находится на грани между родом *Talaromyces* и новым родом (рис. 8).

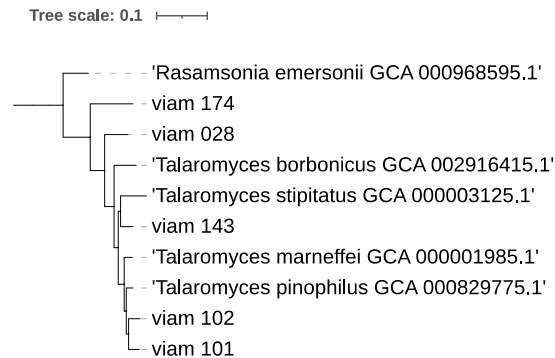


Рис. 8. Фрагмент общего филогенетического дерева царства Fungi, порядка *Eurotiales*, полученного с помощью филогенетического анализа 255 однокопийных эукариотических генов

Заключения

Проведена таксономическая идентификация штаммов мицелиальных грибов коллекции НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ с помощью молекулярно-генетических методов в Курчатовском геномном центре. Получены данные по секвенированию представителей следующих таксонов: порядок *Glomerellales*, род *Colletotrichum*; семейство *Pleosporaceae*; роды *Curvularia* и *Alternaria*, род *Aspergillus* и представители новых порядков класса *Sordariomycetes*; род *Penicillium*; порядок *Xylariales*, роды *Nigrospora*, *Neopestalotiopsis*, *Pestalotiopsis*, *Daldinia*; род *Cladosporium*; род *Sarocladium*; порядок *Hypocreales*; порядок *Mucorales*, род *Rhizopus*; род *Trichoderma*; род *Fusarium*; семейство *Chaetomiaceae*; порядок *Pleosporales*, роды *Nothophoma*, *Didymella*, *Epicoccum*; порядок *Hypocreales* и *Erysiphales*, роды *Purpureocillium*, *Beauveria*; класс *Leotiomyces*, род *Botrytis*, семейство *Phacidiaceae*; класс *Dothideomycetes*, роды *Delphinella*, *Aureobasidium*; семейство *Trichocomaceae*, род *Talaromyces* и др.

В результате проведенной работы выявлено, что 235 штаммов коллекции мицелиальных грибов относятся к 124 видам и 42 родам микромицетов. Обнаружено, что более 40 новых штаммов микромицетов отсутствуют в доступных базах данных и требуют дополнительного исследования деструктивной способности. Методами анализа ДНК подтверждено видовое соответствие тест-культур, применяемых в испытаниях на микробиологическую стойкость. Выявлены морфологически идентичные штаммы, которые являются разными видами по данным генетической идентификации. Обнаружены штаммы, относящиеся к одним видам, но выделенные в разных климатических зонах, соответственно, обладающие различными физиологическими свойствами.

Данные о видовом составе и филогенетических связях микроскопических грибов из коллекции представляют большую ценность для дальнейших исследований, в том числе для изучения их физиологических свойств и влияния на материалы в качестве агентов микробиологической деструкции.

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. Jeon S.A., Park J.L., Park S.J. et al. Comparison between MGI and Illumina sequencing platforms for whole genome sequencing // *Genes and Genomics*. 2021. Vol. 43. No. 7. P. 713–724. DOI: 10.1007/s13258-021-01096-x.
10. Hu T., Che J., Lin X. et al. Comparison of the DNBSEQ platform and Illumina HiSeq 2000 for bacterial genome assembly // *Scientific Reports*. 2024. Vol. 14. No. 1. P. 1292. DOI: 10.1038/s41598-024-51725-0.
11. Meslier V., Quinquis B., Da Silva K. et al. Benchmarking second and third-generation sequencing platforms for microbial metagenomics: 1 // *Scientific Data*. 2022. Vol. 9. No. 1. P. 694.
12. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4 // *Nature biotechnology*. Nature Publishing Group, 2023. P. 1–12.
13. Li D., Liu C.M., Luo R. et al. MEGAHIT: an ultra-fast single-node solution for large and complex metagenomics assembly via succinct de Bruijn graph // *Bioinformatics*. 2015. Vol. 31. No. 10. P. 1674–1676.
14. Bankevich A., Nurk S., Antipov D. et al. SPAdes: a new genome assembly algorithm and its applications to single-cell sequencing // *Journal of computational biology*. 2012. Vol. 19. No. 5. P. 455–477.
15. Kajitani R., Toshimoto K., Noguchi H. et al. Efficient de novo assembly of highly heterozygous genomes from whole-genome shotgun short reads // *Genome research*. 2014. Vol. 24. No. 8. P. 1384–1395.

16. 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.
17. 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.
18. 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.
19. Price M.N., Dehal P.S., Arkin A.P. FastTree 2 – approximately maximum-likelihood trees for large alignments // *PLoS One*. 2010. Vol. 5. No. 3. P. e9490.

References

1. Kablov E.N., Laptev A.B., Prokopenko A.N., Gulyaev A.I. Relaxation of polymeric composite materials under the prolonged action of static load and climate (review). Part 1. Binders. *Aviation materials and technologies*, 2021, no. 4 (65), pp. 70–80. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-4-70-80.
2. Zakirova L.I., Afanasyev-Khodykin A.N., Movenko D.A., Laptev A.B. Features of the formation of the Sn–Zn–Fe diffusion layer at the boundary of galvanothermal coating of systems zinc–tin and 30HGSA steel with high protective capability. *Aviation materials and technologies*, 2022, no. 4 (69), pp. 61–71. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 29, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2022-0-4-61-71.
3. Startsev V.O., Startsev O.V., Zeleneva T.O., Vardanyan A.M. Influence of precipitation on changes in the mass of samples of polymeric composite materials in open climatic conditions. *Aviation materials and technologies*, 2024, no. 1 (74), pp. 136–154. Available at: <http://www.journal.viam.ru> (accessed: July 20, 2025). DOI: 10.18577/2713-0193-2024-0-1-136-154.
4. Lugauskas A., Levinskaitė L., Pečiulytė D. Micromycetes as deterioration agents of polymeric materials. *International biodeterioration & biodegradation*, 2003, vol. 52 (4), pp. 233–242.
5. Lugauskas A., Prosychevas I., Levinskaitė L., 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. Jeon S.A., Park J.L., Park S.J. et al. Comparison between MGI and Illumina sequencing platforms for whole genome sequencing. *Genes and Genomics*, 2021, vol. 43, no. 7, pp. 713–724. DOI: 10.1007/s13258-021-01096-x.
10. Hu T., Che J., Lin X. et al. Comparison of the DNBSEQ platform and Illumina HiSeq 2000 for bacterial genome assembly. *Scientific Reports*, 2024, vol. 14, no. 1, p. 1292. DOI: 10.1038/s41598-024-51725-0.
11. Meslier V., Quinquis B., Da Silva K. et al. Benchmarking second and third-generation sequencing platforms for microbial metagenomics: 1. *Scientific Data*, 2022, vol. 9, no. 1, p. 694.
12. Blanco-Míguez A., Beghini F., Cumbo F. et al. Extending and improving metagenomic taxonomic profiling with uncharacterized species using MetaPhlAn 4. *Nature biotechnology*. Nature Publishing Group, 2023, pp. 1–12.

13. Li D., Liu C.M., Luo R. et al. MEGAHIT: an ultra-fast single-node solution for large and complex metagenomics assembly via succinct de Bruijn graph. *Bioinformatics*, 2015, vol. 31, no. 10, pp. 1674–1676.
14. Bankevich A., Nurk S., Antipov D. et al. SPAdes: a new genome assembly algorithm and its applications to single-cell sequencing. *Journal of computational biology*, 2012, vol. 19, no. 5, pp. 455–477.
15. Kajitani R., Toshimoto K., Noguchi H. et al. Efficient de novo assembly of highly heterozygous genomes from whole-genome shotgun short reads. *Genome research*, 2014, vol. 24, no. 8, pp. 1384–1395.
16. 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.
17. 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.
18. 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.
19. 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.

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