



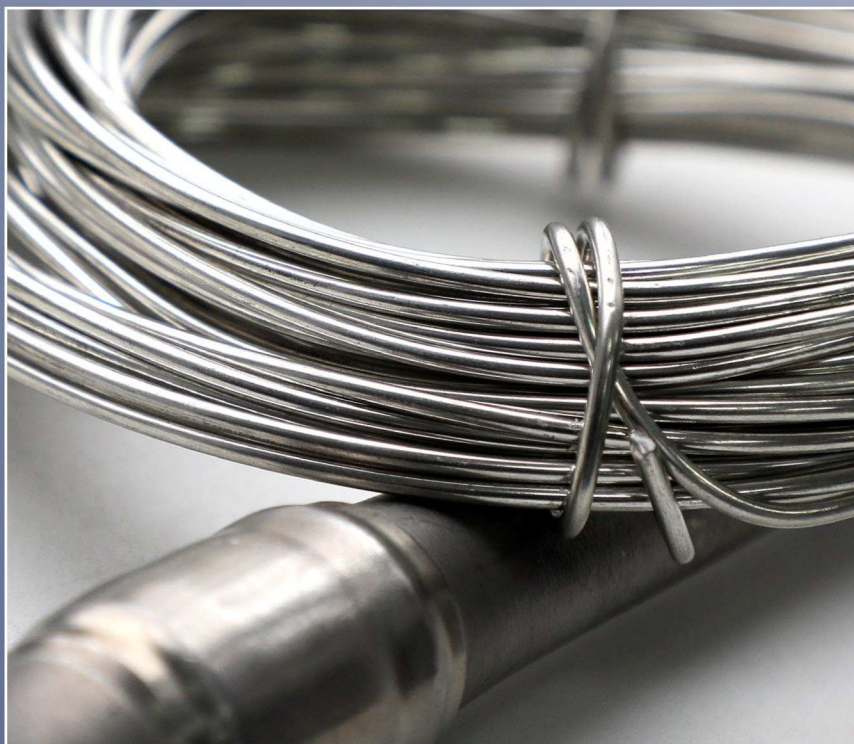
ISSN 2713-0193

№ 1 (62)
2021

Авиационные

МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

научно-технический журнал

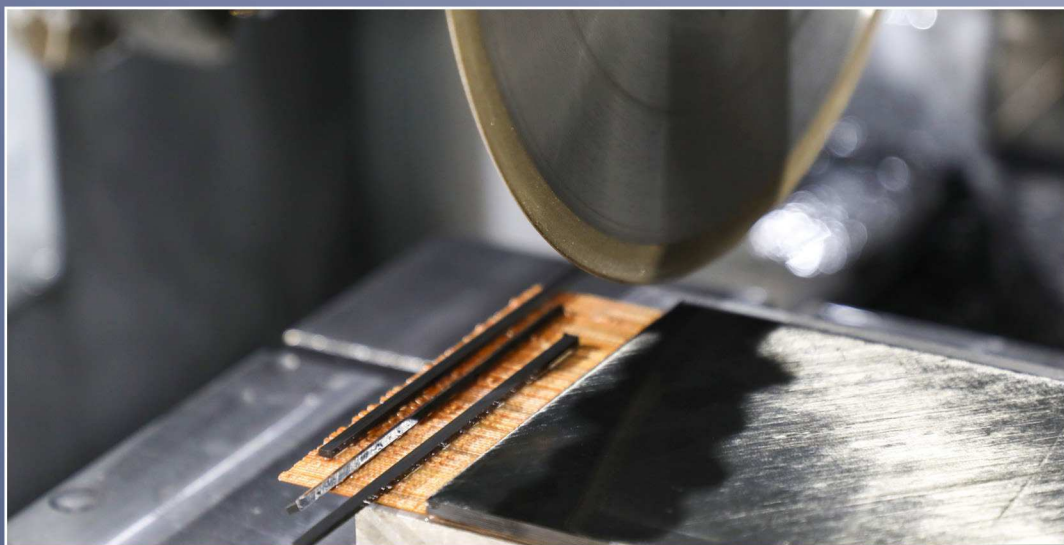


Жаропрочные
и конструкционные
материалы

Металлические
и неметаллические
композиционные
материалы

Защитные
и функциональные
материалы
и покрытия

Ресурсные
и климатические
испытания
материалов



www.viam.ru





ВИАМ – ВЕДУЩИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР В ОБЛАСТИ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ

- Реализует полный инновационный цикл – от фундаментальных и прикладных исследований до создания высокотехнологичных наукоемких производств по выпуску материалов нового поколения, полуфабрикатов и уникального технологического оборудования.
- Разрабатывает и поставляет широкую номенклатуру металлических и неметаллических материалов, покрытий, технологических процессов и оборудования, методов и средств защиты от коррозионных поражений и биоповреждений с возможностью осуществления поставки продукции под контролем ВП МО РФ.

На основании одобренного Президентом Российской Федерации В.В. Путиным принципа создания отрасли малотоннажных производств в материаловедческих НИИ и ГНЦ в ВИАМ создано:

25 высокотехнологичных наукоемких производств по выпуску
253 наименований материалов и полуфабрикатов

ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР

- Включает 19 комплексов уникальной стендовой и испытательной базы.
- Проводит более 1000 видов исследований и испытаний на 1100 единицах исследовательского и испытательного оборудования.
- Аккредитован в качестве технически компетентного центра Росавиацией, Российским морским регистром судоходства, филиалом ФГБУ «46 ЦНИИ» Минобороны России, признан компанией Snecma группы SAFRAN.
- Включен в международную сеть станций климатических испытаний Atlas Material Testing Technology LLC.



УЛЬЯНОВСКИЙ
 НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР



Разработка технологий и производство полуфабрикатов и изделий из ПКМ.

ГЕЛЕНДЖИКСКИЙ
 ЦЕНТР КЛИМАТИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ ИМ. Г.В. АКимова



Единственный в России соответствующий международным стандартам центр климатических испытаний материалов, средств защиты от коррозии, старения и биоповреждений при одновременном воздействии нагрузок и коррозионной среды.

ВОСКРЕСЕНСКИЙ
 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР



Разработка технологий и производство бериллийсодержащих сплавов, полимерных связующих, препрегов, материалов для безэховых камер.

АВИАЦИОННЫЕ

МАТЕРИАЛЫ И ТЕХНОЛОГИИ

научно-технический журнал

ПЕРИОДИЧНОСТЬ 4 ВЫПУСКА В ГОД

№1 (62) март 2021

Учредитель периодического издания
ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ

Редакционный совет

Председатель совета — главный редактор
Каблов Е.Н. академик РАН, профессор (ВИАМ)

**Заместитель председателя совета —
заместитель главного редактора**

Оспеникова О.Г. докт. техн. наук (ВИАМ)

Члены совета:

Берлин А.А. академик РАН, профессор
(ИХФ им. Н.Н. Семенова РАН)

Габдуллин М.Т. канд. физ.-мат. наук (Казахский
национальный университет им. аль-Фараби)

Гречников Ф.В. академик РАН, профессор (Самарский
университет)

Епишин А.И. докт. физ.-мат. наук (Берлинский
технический университет)

Красовский А.Л. канд. хим. наук (Dow Chemical Company)

Кульков А.А. докт. техн. наук, профессор (ЦНИИИСМ)

Ломберг Б.С. докт. техн. наук (ВИАМ)

Марковцев В.А. докт. техн. наук (Ульяновский НИАТ)

Постнов В.И. докт. техн. наук (ВИАМ)

Славин А.В. докт. техн. наук (ВИАМ)

Шмотин Ю.Н. докт. техн. наук (ОДК)

Аграфенина Е.А. ответственный секретарь (ВИАМ)

Издатель
ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ

105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Тел.: +7 (499) 261-86-77; факс: +7 (499) 267-86-09
Эл. почта: admin@viam.ru; сайт: www.viam.ru

Редакция:
редакторы — Е.А. Аграфенина, Ю.С. Коломиец;
корректор — И.С. Туманова; верстка — М.С. Закржевская

Ответственный за выпуск — В.Г. Дворяшин

Адрес редакции:
Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, 17
Тел.: +7 (499) 263-87-37; +7 (499) 263-87-18; факс: +7 (499) 267-86-09
Эл. почта: journal@viam.ru; сайт: www.journal.viam.ru

Свидетельство о регистрации средства массовой информации
Эл № ФС77-79717 от 07.12.2020.

Журнал включен в Перечень ведущих рецензируемых научных журналов и изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученых степеней доктора и кандидата наук, наукометрическую базу РИНЦ (Российский индекс научного цитирования), реферативно-информационную базу RSCI (Russian Science Citation Index на платформе Web of Science). Журнал входит в Международную ассоциацию издателей (PILA – Publishers International Linking Association) и участвует в проекте CrossRef. Всем статьям, публикуемым в журнале, присваиваются индексы DOI (Digital Object Identifier).
Полные тексты статей с 2005 по 2018 год находятся в открытом доступе на официальном сайте журнала www.journal.viam.ru в разделе «Архив журнала».
Полные тексты статей журнала текущего года доступны при оформлении коммерческого доступа к изданию.
При использовании материалов в любой форме ссылка на журнал «Авиационные материалы и технологии» обязательна.

СОДЕРЖАНИЕ**Жаропрочные сплавы и стали**

Громов В.И., Якушева Н.А., Востриков А.В., Черкашнев Н.Н. 3
Высокопрочные конструкционные стали для валов газотурбинных двигателей (обзор)

Романенко Д.Н., Севальнев Г.С., Леонов А.А., Удод К.А., Степаненко Е.В. 13
Повышение трибологических характеристик стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки

Композиционные материалы

Ткачук А.И., Донецкий К.И., Терехов И.В., Караваяв Р.Ю. 22
Применение терморезистивных связующих для изготовления полимерных композиционных материалов методами безавтоклавного формования

Бабашов В.Г., Степанова Е.В., Зимичев А.М., Басаргин О.В. 34
Оксидные непрерывные волокна как компонент гибкой высокотемпературной изоляции

Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Бакрадзе М.М., Деорецкая Е.В., Коплак О.В., Моргунов Р.Б. 44
Инженерия редкоземельных микромагнитов RE-TM-B (обзор)

Защитные и функциональные покрытия

Доронин О.Н., Горлов Д.С., Азаровский Е.Н., Кочетков А.С. 61
Исследование структуры и свойств жаростойкого покрытия при высокотемпературной деформации образцов из интерметаллидного титанового сплава

Кузнецова В.А., Марченко С.А., Емельянов В.В., Железняк В.Г. 71
Исследование влияния молекулярной массы эпоксидных олигомеров и отвердителей на эксплуатационные свойства лакокрасочных покрытий

Испытания материалов

Ерасов В.С., Орешко Е.И. 80
Испытания на усталость металлических материалов (обзор). Часть 2. Анализ уравнения Баскина–Мэнсона–Коффина. Методики испытаний и обработки результатов

Абрамова М.Г. 95
К вопросу о подтверждении идентичности механизма коррозионного разрушения алюминиевых сплавов (обзор). Часть 2. Коррозия в морской воде

Орешко Е.И., Ерасов В.С., Яковлев Н.О., Уткин Д.А. 104
Методы определения механических характеристик материалов с помощью индентирования (обзор)

Зуев А.В., Заричняк Ю.П., Баринов Д.Я., Краснов Л.Л. 119
Исследование теплофизических свойств гибкого теплоизоляционного материала

AVIATION

MATERIALS AND TECHNOLOGIES

scientific and technical journal

PUBLICATION FREQUENCY – QUARTERLY

№1 (62) March 2021

Founder

FSUE «VIAM» SSC of RF

Editorial board**Chairman of the Board – Editor-in-Chief****Kablov E.N.** Academician of RAS, Professor (VIAM)**Vice-chairmen of the Board – Deputy Editor-in-Chief****Ospennikova O.G.** Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)**Members of the Board:****Berlin A.A.** Academician of RAS, Professor (Semenov Institute of Chemical Physics of RAS)**Gabdullin M.T.** Candidate of Sciences (Phys. & Math.) (Al-Farabi Kazakh National University)**Grechnikov F.V.** Academician of RAS, Professor (Samara University)**Epishin A.I.** Doctor of Sciences (Phys. & Math.) (Technical University of Berlin)**Krasovskiy A.L.** Candidate of Sciences (Chem.) (Dow Chemical Company)**Kulkov A.A.** Doctor of Sciences (Tech.), Professor (CRISM)**Lomberg B.S.** Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)**Markovtsev V.A.** Doctor of Sciences (Tech.) (Ulyanovsk NIAT)**Postnov V.I.** Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)**Slavin A.V.** Doctor of Sciences (Tech.) (VIAM)**Shmotin Yu.N.** Doctor of Sciences (Tech.) (UEC)**Agrafenina E.A.** Executive Secretary (VIAM)**Publisher**

FSUE «VIAM» SSC of RF

17, Radio str., Moscow, 105005, Russia
Phone: +7 (499) 261-86-77; fax: +7 (499) 267-86-09
E-mail: admin@viam.ru; web: www.viam.ru**Editorial Staff:**editors – E.A. Agrafenina, Ju.V. Kolomiets;
proofreader – I.S. Tumanova; make-up – M.S. Zakrzhevskaya

Responsible for issue – V.G. Dvoryashin

Editorial Address:17, Radio str., Moscow, 105005, Russia
Phone: +7 (499) 261-86-77; fax: +7 (499) 267-86-09
E-mail: journal@viam.ru; web: www.journal.viam.ru

The Journal is included in PILA (Publishers International Linking Association) and participates in the project CrossRef. All published in the Journal articles are assigned indexes DOI (Digital Object Identifier).

The Journal is included in the abstract and information base RSCI (Russian Science Citation Index on Web of Science), the scientometric base RISC (Russian Index of Scientific Citing) and in «The List of leading reviewed scientific journals and issues, where the main scientific results of these for competition for the scientific degrees of Doctor and Candidate of Science have to be published» (approved by the Higher Attestation Commission under the Ministry of Education and Science of the Russian Federation – abbr. VAK in Russian).

The content of the Journal since 2005 to 2017 is available in an open access format at the section «Archive» on the official web-site www.journal.viam.ru.

The content of the Journal of the current year is available registration commercial access.

© FSUE «VIAM», 2021

CONTENTS**Heat-resistant alloys and steels**

- Gromov V.I., Yakusheva N.A., Vostrikov A.V., Cherkashneva N.N.** High strength structural steels for gas-turbine engine shafts (review) **3**
- Romanenko D.N., Sevalnev G.S., Leonov A.A., Udod K.A., Stepanenko E.V.** Improving the tribological characteristics of 18KHGT steel after cementation and hardening heat treatment **13**

Composite materials

- 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 **22**
- Babachov V.G., Stepanova E.V., Zimichev A.M., Basargin O.V.** Oxide continuous fibers as a part of flexible high temperature insulation **34**
- Korolev D.V., Piskorskii V.P., Valeev R.A., Bakradze M.M., Dvoretzkaya E.V., Koplak O.V., Morgunov R.B.** Rare-earth RE-TM-B micromagnets engineering (review) **44**

Protective and functional coatings

- Doronin O.N., Gorlov D.S., Azarovskiy E.N., Kochetkov A.S.** Study of the structure and properties of a heat-resistant coating at high-temperature deformation of samples from titanium intermetallic alloy **61**
- 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 **71**

Material tests

- Erasov V.S., Oreshko E.I.** Tests for fatigue of metal materials (review). Part 2. Analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation. Methods of testing and processing of results **80**
- Abramova M.G.** Revisiting the confirmation of the identity of the corrosion destruction mechanism of aluminum alloys (review). Part 2. Corrosion in sea water **95**
- Oreshko E.I., Erasov V.S., Yakovlev N.O., Utkin D.A.** Methods for determining the mechanical characteristics of materials using indentation (review) **104**
- Zuev A.V., Zarichnyak Yu.P., Barinov D.Ya., Krasnov L.L.** Measurement of thermophysical properties of flexible thermal insulation **119**

УДК 669.018.292

В.И. Громов¹, Н.А. Якушева¹, А.В. Востриков¹, Н.Н. Черкашнев²**ВЫСОКОПРОЧНЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ СТАЛИ
ДЛЯ ВАЛОВ ГАЗОТУРБИННЫХ ДВИГАТЕЛЕЙ (обзор)**

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-3-12

Вал двигателя ГТД является высоконагруженной деталью особо ответственного назначения, к нему предъявляются повышенные требования по сохранению уровня свойств при длительной эксплуатации, обеспечивающие конструктивную прочность изделия. Повышение ресурса и долговечности работы изделия достигается благодаря разработке новых материалов, превосходящих по своим механическим свойствам применяемые отечественные и зарубежные аналоги. Во ФГУП «ВИАМ» разработаны высокопрочные конструкционные стали с повышенными характеристиками прочности, ударной вязкости, долговечности и жаропрочности.

Ключевые слова: высокопрочная сталь, вал, усталость, двигатель, механические свойства, предел прочности.

V.I. Gromov¹, N.A. Yakusheva¹, A.V. Vostrikov¹, N.N. Cherkashneva²**HIGH STRENGTH STRUCTURAL STEELS
FOR GAS-TURBINE ENGINE SHAFTS (review)**

The motor shaft of a gas turbine engine, being a highly loaded part of a particularly critical purpose, has increased requirements for maintaining the level of properties during long-term operation, ensuring the structural strength of the product. An increase in the resource and durability of the product is achieved due to the development of new materials that surpass the used domestic and foreign analogues in their mechanical characteristics. FSUE «VIAM» has developed high-strength structural steels with enhanced characteristics of strength, toughness, durability and heat resistance.

Keywords: high strength steel, shaft, fatigue, engine, mechanical properties, tensile strength.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Акционерное общество «ОДК-Авиадвигатель» [Joint-Stock Company «UEC-Aviadvigatel»]; e-mail: office@avid.ru

Введение

Условия работы современной авиационной техники определяют повышенные требования к применяемым материалам: обеспечение высокой прочности конструкции при высокой надежности, длительности работы при воздействии знакопеременных нагрузок, сохранение свойств при пониженных и повышенных температурах эксплуатации [1].

Вал двигателя турбины низкого давления (ТНД) является основной особо ответственной деталью и предназначен для передачи крутящего момента с ротора ТНД на вал компрессора низкого давления, а также для передачи нагрузок, которые действуют на ротор ТНД.

Вал ТНД при работе испытывает большие знакопеременные нагрузки, основными из которых являются неравномерность распределения температуры по всему сечению изделия, контактные напряжения, передающиеся в местах крепления деталей с фланцем, а также крутящий момент и центробежные силы от вращения ротора.

В настоящее время конструкторами изделий рассматривается возможность уменьшения массы вала ТНД для снижения общей массы двигателя и, как следствие, увеличения его ресурсных характеристик. Применение в конструкции новых материалов, позволяющих при увеличении уровня механических характеристик существенно снизить массу деталей без потери долговечности работы, является приоритетной задачей [2]. При этом особое внимание уделяется снижению стоимости производимых полуфабрикатов и повышению технологичности при изготовлении деталей.

Рассматривая случаи разрушения валов серийного производства при эксплуатации двигателей, можно сделать вывод о том, что ~60% случаев разрушения носят усталостный характер, возникающий вследствие повышенных вибраций при работе двигателя и многократных запусков. В основном разрушение происходит при самом нагруженном режиме работы двигателя – взлетном, так как при данном режиме наблюдаются максимальные значения основных нагружающих факторов: температуры, крутящего момента и осевой силы. Поэтому при выборе материала для изготовления валов ТНД особое внимание уделяется характеристикам выносливости, жаропрочности и кратковременной прочности [3, 4].

В настоящее время в отечественном двигателестроении наибольшее распространение для валов ТНД получили теплопрочные мартенситные хромистые стали ЭИ961 (13X11H2B2MФ), ЭП517 (15X12H2MФВА-Б) и ЭП866 (15X16K5H2MBФАБ), работоспособные до температур 600–650 °С и термически обрабатываемые до прочности 900–1120 МПа. Химический состав и основные механические свойства приведены в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Химический состав сталей ЭИ961, ЭП517 и ЭП866

Сталь	Содержание элементов, % (по массе)											
	C	Cr	Ni	W	V	Mo	Si	Mn	N	Co	Nb	Fe
ЭИ961	0,10–0,16	10,5–12,0	1,5–1,8	1,6–2,0	0,18–0,30	0,35–0,50	≤0,6	≤0,6	–	–	–	Основа
ЭП517	0,13–0,18	11,0–12,5	1,7–2,1	0,65–1,0	0,18–0,30	1,35–1,65	≤0,6	≤0,6	0,02–0,08	–	–	Основа
ЭП866	0,13–0,18	15,0–16,5	1,7–2,1	0,65–1,0	0,18–0,30	1,35–1,65	≤0,6	≤0,6	0,03–0,08	4,5–5,5	0,20–0,35	Основа

Таблица 2

Механические характеристики хромистых мартенситных сталей (типичные значения)

Сталь	Температура испытания, °С	σ _b	σ _{0,2}	σ _{пц}	δ ₅	ψ	КСУ, Дж/см ²
		МПа			%		
ЭИ961	20	880	780	–	15	55	98
	500	580	540	–	15	70	115
	600	490	460	–	25	75	115
ЭП517	20	1030	830	580	14	56	55
	550	680	540	340	15	65	135
	600	540	390	245	16	70	–
ЭП866	650	400	340	176	20	75	155
	20	1030	830	640	12	45	55
	450	930	780	–	10	40	–
	550	735	670	390	15	60	–

В данных сталях упрочнение достигается за счет комплексного легирования хромом, никелем, ванадием, молибденом и вольфрамом и образованием карбидов типа Me₂₃C₆, легированных Cr, W, Fe, V, влияющих также на теплопрочность сталей.

Влияние температуры отпуска на свойства стали ЭИ961 приведено в табл. 3.

Таблица 3

Влияние температуры отпуска на механические свойства стали ЭИ961

Температура отпуска, °С	σ_b	$\sigma_{0,2}$	δ_5	ψ	КСУ, Дж/см ²	НВ ($d_{отп}$), мм
	МПа		%			
200	1520	1340	12	55	60	2,94
300	1480	1340	13	59	60	2,98
350	1480	1340	14	55	60	2,98
400	1500	1350	13	54	61	2,94
450	1510	1400	15	56	54	2,94
475	1540	1450	13	54	37	2,91
500	1350	1200	13	60	72	3,09
550	1250	1100	15	61	88	3,32
600	1100	900	15	61	105	3,47
650	900	750	16	63	108	3,71
700	880	720	17	64	120	3,83

Из представленных данных видно, что сталь сохраняет высокие прочностные характеристики и значения ударной вязкости до отпуска при температуре 450 °С. Повышение температуры отпуска до 475 °С приводит к снижению значений ударной вязкости стали. Это снижение значений ударной вязкости связано с тем, что при эксплуатации 9–12% хромистых сталей в интервале температур 450–500 °С наблюдается охрупчивание материала вследствие распада обогащенного хромом твердого раствора и образования зон, богатых и обедненных хромом. При этом, кроме фазы типа $Me_{23}C_6$, выделяющейся в основном по границам зерен, образуются также легированные высокохромистые комплексы. В дальнейшем с повышением температуры отпуска прочность снижается, а ударная вязкость повышается [5].

Для предотвращения резкого снижения значений ударной вязкости сталей, которые предназначены для работы при повышенных температурах, их подвергают отпуску при температурах, превышающих рабочие температуры эксплуатации изделия на несколько десятков градусов. При этом, в зависимости от температуры и продолжительности выдержки при отпуске, изменяются количество и состав карбидов $Me_{23}C_6$, а следовательно, и термическая стабильность основной фазы твердого раствора.

Усталостные характеристики и данные по длительной прочности сталей ЭП517 и ЭИ961 приведены в табл. 4.

Таблица 4

Характеристики выносливости и длительной прочности сталей ЭИ961 и ЭП517

Сталь	Температура испытания, °С	σ_{-1} , МПа (на базе $2 \cdot 10^7$ циклов)	σ_r^t , МПа (на базе 100 ч)
ЭП517	20	530	–
	400	490	880
ЭИ961	20	520	–
	400	450	880

Из приведенных данных видно, что применяемые в настоящее время в двигателестроении для валов ГТД мартенситные стали обладают высоким уровнем механических свойств, длительной прочностью и сопротивлением усталости.

Важное значение имеет трещиностойкость материала (особенно при повышенных температурах), обеспечивающая надежность работы изделия. Стали ЭИ961, ЭП517 и ЭП866 имеют тенденцию к снижению значений циклической трещиностойкости при дополнительных технологических нагревах вследствие изменения микроструктуры, что приводит также к снижению прочностных свойств и может явиться причиной преждевременного отказа узла двигателя.

Нарушения, которые могут быть связаны с отступлениями от технологического процесса производства валов (термическая обработка, механическая обработка и др.), могут сказаться на свойствах деталей при эксплуатации и привести к преждевременному разрушению изделия, особенно при повышенных температурах.

Для валов авиационных ГТД постоянно проводится поиск новых материалов, превосходящих по прочностным параметрам традиционно применяемые хромистые стали. Ранее высокопрочные стали с прочностью $\sigma_{\text{в}} \geq 1400$ МПа использовали только для силовых деталей планера и шасси, ресурс и условия работы которых во многом отличаются от работы деталей двигателя. Для безотказной работы валов ГТД кроме высоких характеристик прочности ($\sigma_{0,2}$ и $\sigma_{\text{в}}$), ударной вязкости и пластичности необходимо обеспечение высоких значений кратковременной и длительной прочности при повышенных температурах до 400–450 °С, в том числе и после длительных нагревов [6]. Особое внимание также уделяется характеристикам выносливости как при мало-, так и при многоцикловых условиях нагружения, коррозионной стойкости, обеспечивающих длительность и надежность эксплуатации двигателя.

Для достижения высокого комплекса физико-механических свойств особое внимание уделяется качеству металла: минимизации газонасыщенности, наличию примесей и неметаллических включений, типу упрочнения, размеру и виду упрочняющих фаз. Для получения более чистого металла как в России, так и за рубежом используются дуплекс-вакуумные методы выплавки и многократные переплавы, позволяющие изготовить материал с минимальным количеством примесей и неметаллических включений [7].

Среди материалов, работоспособных до температур 400–450 °С, могут рассматриваться мартенситные никелевые стали типа НР-9-4, сочетающие высокую прочность с высокой вязкостью разрушения. Фирмой Republic Steel [8] разработана серия среднелегированных (9% (по массе) Ni) конструкционных сталей типа НР-9-4 с содержанием углерода от 0,20 до 0,45% (по массе), термически упрочняемых до прочности от 1300 до 2060 МПа. Химический состав и механические свойства сталей приведены в табл. 5 и 6.

Таблица 5

Химический состав мартенситных никелевых сталей с 9% (по массе) Ni

Сталь	Содержание элементов, % (по массе)							
	C	Co	Ni	V	Cr	Mo	Mn	Fe
НР-9-4-45	0,42–0,48	3,5–4,5	7–8,5	0,06–0,12	0,2–0,35	0,2–0,35	0,1–0,35	Основа
НР-9-4-30	0,29–0,34	4,25–5,0	7–8,0	0,06–0,12	0,9–1,0	0,9–1,0	–	Основа
НР-9-4-25	0,24–0,30	3,5–4,5	7–9,0	0,06–0,12	0,3–0,6	0,3–0,6	–	Основа

Таблица 6

Типичные механические свойства мартенситных никелевых сталей типа НР-9-4

Сталь (содержание C, % (по массе))	$\sigma_{\text{в}}$	$\sigma_{0,2}$	δ_5	ψ	K_{Ic} , МПа $\sqrt{\text{м}}$	HRC
	МПа		%			
НР-9-4-45 (0,45)	1910–2060	1650–1760	6–10	20–30	55–77	51
НР-9-4-30 (0,30)	1510–1640	1300–1375	12–16	50–60	110–130	44
НР-9-4-25 (0,25)	1330–1440	1215–1315	15–18	55–65	>150	42
НР-9-4-20 (0,20)	1300–1470	1230–1300	14–20	60–70	>150	42

Упрочнение этих сталей основано на карбидном упрочнении типа Fe_3C , Mo_2C и Me_7C_3 . Данные стали сохраняют высокие значения вязкости разрушения вплоть до криогенных температур, высокую прочность до температур 500–550 °С и обладают высоким сопротивлением коррозионному растрескиванию и замедленному разрушению в коррозионно-активных средах, в том числе при наличии надреза.

Российским аналогом стали НР-9-4-30 является сталь ВКС-6 (32ХН8М1ФК5А), разработанная во ФГУП «ВИАМ» [9]. Физико-механические свойства стали ВКС-6 представлены в табл. 7.

Таблица 7

Средние значения механических свойств стали типа ВКС-6

Свойства	Значения свойств при температуре испытания, °С				
	-70	20	300	400	500
E , ГПа	191	191	162	153	140
$\sigma_{0,2}$, МПа	1470	1420	1180	1080	930
σ_B , МПа	1710	1570	1420	1245	1079
δ_5 , %	10	12	10	10	8
ψ , %	50	55	60	60	65
КСУ, Дж/см ²	50	70	–	–	–
K_{Ic} , МПа√м	77	108–1210			
σ_{100}° , МПа	–	–	–	1175; 1079 (450 °С)	640

Сталь ВКС-6 рекомендуется к применению для высоконагруженных механически обрабатываемых деталей, работающих в общеклиматических условиях при температурах от -130 до +500 °С с антикоррозионной защитой. Сталь имеет высокие характеристики после воздействия нагревов до 450 °С в течение до 2000 ч и при 500 °С в течение 500 ч (табл. 8).

Таблица 8

Механические свойства стали ВКС-6 после воздействия нагревов

Свойства	в исходном состоянии	Значения свойств при температуре и времени нагрева			
		450 °С			500 °С, 500 ч
		500 ч	1000 ч	2000 ч	
σ_B , МПа	1620	1620	1570	1370	1370
$\sigma_{0,2}$, МПа	1420	1540	1420	1250	1250
δ_5 , %	12	13	13	14	14
ψ , %	58	60	60	64	64
КСУ, Дж/см ²	58	49	558	58	78

По сравнению с низкоотпущенными сталями сталь ВКС-6 с карбидным упрочнением имеет высокие значения вязкости разрушения и обладает высоким сопротивлением замедленному разрушению и коррозионному растрескиванию ($K_{Isc} = 26$ МПа√м). Надрезанные цилиндрические образцы из стали ВКС-6 с коэффициентом концентрации $K_t = 4$ не разрушаются при напряжении 115–150 МПа в течение более чем 80 сут (1920 ч) их испытания даже при полном погружении в дистиллированную воду. В аналогичных условиях испытания образцы из стали 30ХГСН2А ($\sigma_B = 1600$ МПа) разрушаются в течение 1–2 ч.

При проведении работ по сталям системы Ni–Co фирмой Carpenter Technology Corp. разработана ультравысокопрочная конструкционная мартенситная сталь марки AerMet с карбидным упрочнением, рекомендуемая для изготовления взлетно-посадочных устройств и валов реактивных двигателей. Химический состав стали AerMet100 представлен в табл. 9.

Таблица 9

Химический состав стали AerMet100

Содержание элементов, % (по массе)								
C	Co	Ni	Cr	Mo	Al	Si	Mn	Ti (max)
0,21–0,25	13–14	11–12	2,9–3,3	1,1–1,3	≤0,015	<0,01	<0,01	0,015

В отличие от сталей типа HP-9-4 и ВКС-6, в составе стали AerMet100 присутствует (в % (по массе)): до (11–12) Ni, (13–14) Co, ~3 Cr и (1,1–1,3) Mo, что обеспечивает упрочнение за счет дисперсионного карбидного упрочнения карбидами типа (MoCr)₂C с получением прочностных свойств:

- при 20 °С – $\sigma_b \approx 1790$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 1740$ МПа, $\delta = 13\%$, $\psi \approx 60\%$;
- при 400 °С – $\sigma_b^{400} \approx 1600$ МПа, $\sigma_{0,2}^{400} \approx 1370$ МПа [10, 11].

Сложная технологичность изготовления, а также обезуглероживание и возможность появления закалочных трещин при нагреве привели к необходимости поиска новых материалов, имеющих высокие прочностные характеристики и способных работать при температурах 400–450 °С.

Наиболее известными материалами, работоспособными при температурах до 400–450 °С, являются высокопрочные конструкционные безуглеродистые мартенситостареющие стали системы легирования (состав – в % (по массе)) Fe–18Ni–8Co–5Mo–Ti [12, 13]. Закалка для этого класса сталей является смягчающей обработкой – значение твердости составляет 30–32 HRC. Упрочнение этих сталей достигается за счет дисперсионного твердения при температуре ~500 °С в результате выделения из безуглеродистой матрицы интерметаллидных фаз типа Ni₃Mo, Ni₃Ti и Ni₃(TiMo), что позволяет избежать поводок и коробления при термической обработке деталей и минимизировать припуски под окончательную механическую обработку. Стали указанной системы легирования требуют антикоррозионной защиты.

Среди высокопрочных мартенситостареющих коррозионностойких сталей следует отметить сталь ВНС-17 (03X11H10M2T, ЭП678), упрочняемую до предела прочности $\sigma_b = 1450–1600$ МПа и работоспособную до температуры 400 °С. Достоинствами стали ВНС-17 является нечувствительность к жестким концентраторам напряжений, малая склонность как к коррозии под напряжением, так и к замедленному разрушению в воде.

Некоррозионностойкие мартенситостареющие стали ВКС-170 и ВКС-180 рекомендуются к применению для силовых деталей, работающих при температурах от -70 до +400 °С, во всеклиматических условиях с соответствующей защитой от коррозии.

В табл. 10 и 11 представлены механические свойства широко применяемых отечественных и зарубежных марок мартенситостареющих сталей.

Таблица 10

Прочностные свойства высокопрочных мартенситостареющих сталей системы легирования Fe–18Ni–8Co–5Mo–Ti (состав – в % (по массе))

Сталь	$\sigma_{0,2}$	σ_b
	МПа (не менее)	
Maraging 200	1410	1440
ВКС-170 (ЭК21)	1520	1570
Maraging 250	1650	1700
ВКС-180 (ЭК186)	1610	1720

Таблица 11

Минимальные значения типичных механических свойств высокопрочных мартенситостареющих сталей в сравнении со свойствами сталей ЭИ961 и ЭП517

Свойства	Температура испытания, °С	Значения свойств для сталей			
		ВКС-170	ВКС-180	ЭИ961	ЭП517
$\sigma_{0,2}$, МПа	20	1520	1610	930	930
	400	1200	1300	830	880
σ_b , МПа	20	1570	1720	1080	1120
	400	1330	1400	930	930
ψ , %	20	55	50	55	55
	400	–	50	50	60
δ_5 , %	20	10	10	13	13
	400	–	12	10	11
КСУ, Дж/см ²	20	55	50	60	58
	400	60	–	–	–
КСV, Дж/см ²	20	–	35	–	–
K_{Ic} , МПа $\sqrt{м}$	20	115	104–105	–	–
	-70	100	–	–	–
σ_{-1} , МПа (на базе $2 \cdot 10^7$ циклов, при $K_t=1$)	20	66–72	730	520	530
	400	($N=10^7$ циклов)	510	450	490
σ_r^t (на базе 100 ч)	400	1050	1100	880	880
	450	800	850	–	800
HRC	20	47–50	49,5–52	–	36–40

Особенностью данных марок сталей является присутствие титана, который при замедленном охлаждении с высоких температур создает с углеродом труднорастворимые карбиды типа TiC в виде сеток по границам исходных аустенитных зерен и снижает ударную вязкость и пластичность при изготовлении крупногабаритных деталей, таких как кронштейны, тяги, качалки и т. д. Для предотвращения этого явления во ФГУП «ВИАМ» разработаны специальные технологии термической обработки, обеспечивающие растворение карбонитридных фаз, измельчение зерна, достаточные прочность, ударную вязкость и пластичность [14].

Мартенситостареющие стали находят применение при изготовлении валов авиационных ТНД. В двигателе SaM146 (Франция) использована сталь Maraging 250, являющаяся аналогом стали ВКС-180. В конструкции ТНД двигателя GE-90, используемого для самолетов Boeing-777 и его модификаций, применена мартенситостареющая сталь, имеющая предел прочности $\sigma_b=1840$ МПа. В конструкции перспективного отечественного авиационного двигателя ПД-14 разработки АО «ОДК-Авиадвигатель» применена сталь ВКС-170-ИД (ЭК-21) с прочностью $\sigma_b \geq 1570$ МПа. Сталь ВКС-180-ИД с прочностью $\sigma_b \geq 1720$ МПа прошла металлургическое и технологическое освоение для валов вертолетных двигателей разработки АО «ОДК-Климов».

Среди зарубежных сталей, работоспособных до температур 400–450 °С, следует отметить сталь ML340 (X23NiCoCrMoAl13-6-3) разработки фирмы Aubert & Duval (Франция) [15] и сталь GE1014 (США) [16] с более высокими прочностными характеристиками (прочность – не менее 1960 МПа). Высокая прочность этих сталей достигается за счет двойного упрочнения: карбидного и интерметаллидного. Химический состав и типичные механические свойства этих сталей представлены в табл. 12 и 13.

Таблица 12

Химический состав сталей ML340 и GE1014

Сталь	Содержание элементов, % (по массе)							
	C	Ni	Cr	Mo	Co	Al	V	Ti
ML340	0,23	13,0	3,3	1,50	5,80	1,50	0,25	–
GE1014	0,23	13,0	3,0	1,4	10,0	0,9–1,3	–	0,01 Σ (Nb, V, W)

Таблица 13

Типичные механические свойства сталей ML340 и GE1014

Сталь	σ_b	$\sigma_{0,2}$	KV, Дж	K_{Ic} , МПа $\sqrt{м}$	σ_{-1} , МПа (на базе 10^7 циклов)	σ_b^{400} , МПа	δ	ψ
	МПа						%	
ML340	2200	1900	24	41	950	1700	10	50
GE1014	1950– 2150	1900– 2050	–	–	–	–	9–11	40–60

Стали данной системы легирования содержат до 0,3% (по массе) углерода и достаточное количество карбидообразующих элементов, таких как Cr, Mo, W и Al в количестве до 2% (по массе). Присутствие в стали алюминия при содержании никеля 10–18% (по массе) и кобальта 5–16% (по массе) позволяет получить высокую прочность наряду с высокими характеристиками пластичности. Вместе с карбидным упрочнением при старении происходит выделение интерметаллидных фаз типа β -NiAl. В сталях практически отсутствует титан, что позволяет избежать появления нитридов и карбонитридов титана, присутствующих в мартенситостареющих сталях, которые могут являться очагами усталостных разрушений.

Однако стали типа AerMet100, ML340 и GE1014 являются менее технологичными по сравнению с низкоуглеродистыми мартенситостареющими сталями. К недостаткам этих сталей можно отнести плохую отжигаемость, высокую твердость после закалки (40–43 HRC), обезуглероживание при нагреве под закалку и проведение обработки холодом при -70 °С. Поэтому при механической обработке необходимо использовать твердосплавный инструмент. При этом изготовление крупногабаритных длинномерных деталей типа валов не исключает поводки, коробления (вследствие наличия остаточного аустенита в стали после закалки) и появления закалочных трещин.

В настоящее время конструкторы ведут активный поиск отечественных материалов, к которым предъявляются повышенные требования по прочности, выносливости, пластичности и жаропрочности, для применения в конструкции двигателей самолетов. С этой целью для изготовления валов ГТД перспективных двигателей во ФГУП «ВИАМ» разработана новая высокопрочная конструкционная сталь с двойным упрочнением (карбидным и интерметаллидным), обеспечивающая высокий комплекс механических свойств: $\sigma_b^{20} \geq 1960$ МПа, $\sigma_{-1}^{20} = 780$ МПа (на базе $N=10^7$ циклов), $\sigma_{100}^{400} = 1490$ МПа, $\sigma_{100}^{450} = 1250$ МПа, $K_{Ic} \geq 40$ МПа $\sqrt{м}$. По сравнению со сталями ВКС-170 ($\sigma_b \geq 1570$ МПа) и ВКС-180 ($\sigma_b \geq 1720$ МПа) разработанная сталь имеет более высокий уровень предела прочности при сохранении уровня значений характеристик вязкости разрушения и пластичности, а также не уступает по уровню этих свойств зарубежным аналогам – сплавам ML340 (Франция) и GE1014 (USA), применяемым для изготовления валов. Разработанная сталь рекомендуется для изготовления высоконагруженных силовых деталей ГТД, работающих при температурах до 450 °С с защитным покрытием.

Заключения

Проведен обзор высокопрочных конструкционных сталей отечественного и зарубежного производства, применяемых для валов авиационных ГТД, и их основных механических свойств.

Применение хромистых теплопрочных мартенситных сталей ЭИ961, ЭП517 и ЭП866 для изготовления авиационных валов, работающих при температурах 400–450 °С, ограничено их низкой прочностью $\sigma_b=1080\text{--}1120$ МПа и охрупчиванием в диапазоне рабочих температур.

Мартенситостареющие стали ВКС-170 и ВКС-180, разработанные во ФГУП «ВИАМ», с прочностью не менее 1570 и 1720 МПа соответственно могут использоваться в качестве перспективного материала для изготовления валов ГТД при температурах эксплуатации до 400 °С.

За рубежом для изготовления валов применяются стали типа ML340 и GE1014 с прочностью не менее 1950 МПа, достигаемой путем комплексной термической обработки и карбидного и интерметаллидного упрочнения.

Во ФГУП «ВИАМ» для перспективных двигателей большой тяги разработана новая высокопрочная конструкционная сталь, обеспечивающая высокий комплекс механических свойств: $\sigma_b^{20^\circ} \geq 1960$ МПа, $\sigma_{-1}^{20^\circ} = 780$ МПа (на базе $N=10^7$ циклов), $\sigma_{100}^{400^\circ} = 1490$ МПа, $\sigma_{100}^{450^\circ} = 1250$ МПа, $K_{Ic} \geq 40$ МПа $\sqrt{м}$.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. ВИАМ: материалы нового поколения для ПД-14 // Крылья Родины. 2019. №7–8. С. 54–58.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Каблов Е.Н., Бакрадзе М.М., Громов В.И., Вознесенская Н.М., Якушева Н.А. Новые высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали для аэрокосмической техники разработки ФГУП «ВИАМ» (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. №1 (58). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
4. Громов В.И., Курпякова Н.А., Коробова Е.Н., Седов О.В. Новая теплостойкая сталь для авиационных подшипников // Труды ВИАМ. 2019. №2 (74). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 26.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-2-17-23.
5. Братухин А.Г., Демченко О.Ф., Долженков Н.Н., Кривоногов Г.С. Высокопрочные коррозионностойкие стали современной авиации. М.: Изд-во МАИ, 2006. 401 с.
6. Громов В.И., Якушева Н.А., Полунов И.Л. Оценка влияния режимов термической обработки на уровень механических свойств мартенситостареющих сталей системы легирования Fe–Ni–Mo–Ti–Al // Труды ВИАМ. 2017. №11 (59). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-2-2.
7. Щербаков А.И., Крылов С.А., Калицев В.А., Игнатов В.А. Разработка технологии выплавки высокопрочной мартенситостареющей стали ВКС-180-ИД (01Н18К9М5Т), микролегированной РЗМ // Труды ВИАМ. 2015. №2. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-2-4-4.
8. Combining Strength and Fracture Toughness // Metal Progress. 1975. Vol. 107. No. 3. P. 52–53.
9. Гуляев А.П., Зикеев В.Н., Гусейнов Р.К. Влияние никеля и кобальта на свойства среднеуглеродистой высокопрочной стали // Металловедение и термическая обработка металлов. 1975. №2. С. 2–5.

10. Novothy P., Maurer G. Ultra-High-Strength Steels VS Titanium Alloys // *Advanced Materials & Processes*. 2007. Vol. 165. No. 11. P. 37–40.
11. High strength, high fracture toughness structural alloy: pat. US5087415; filed 06.02.90; publ. 11.02.92.
12. Саморуков М.Л. Разработка методики испытания сварных соединений стали ВКС-180-ИД, полученных ротационной сваркой трением на статический угол изгиба // *Труды ВИАМ*. 2013. №6. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 20.10.2020).
13. Высокопрочная мартенситностареющая сталь и изделие, выполненное из нее: пат. 2334017 Рос. Федерация; заявл. 05.12.06; опубл. 20.09.08.
14. Петраков А.Ф., Шалькевич А.Б. Высокопрочные стали в авиастроении // *Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002*. М.: ВИАМ, 2002. С. 180–190.
15. Закаленная мартенситная сталь, способ получения детали из этой стали и получаемая таким образом деталь: пат. RU2400557C2; заявл. 20.04.06; опубл. 27.09.10.
16. High strength, high fatigue structural steel: пат. US5393488A; filed 06.08.93; publ. 28.08.95.

УДК 621.785.52

Д.Н. Романенко¹, Г.С. Севальнев¹, А.А. Леонов¹,
К.А. Удод², Е.В. Степаненко³

ПОВЫШЕНИЕ ТРИБОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК СТАЛИ 18ХГТ ПОСЛЕ ЦЕМЕНТАЦИИ И УПРОЧНЯЮЩЕЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-13-21

Представлены результаты исследований:

– образцов шестерен, изготовленных из стали 18ХГТ (определение толщины цементованного слоя, распределение микротвердости по толщине цементованного слоя, измерение твердости поверхности и сердцевины, анализ микроструктуры цементованного слоя и сердцевины);

– суспензий марок ВАП-2, ВАП-4 и ВФП-5 (определение условной вязкости, массовой доли нелетучих веществ, прочности покрытия при ударе, эластичности покрытия при изгибе, адгезии покрытия, твердости и плотности).

Проведен сравнительный анализ трибологических характеристик твердосмазочных покрытий марок ВАП-2, ВАП-4 и ВФП-5 на образцах из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки.

Ключевые слова: сталь, шестерни, цементация, твердость, микротвердость, структура, диффузионный слой, износостойкость, твердосмазочное покрытие.

D.N. Romanenko¹, G.S. Sevalnev¹, A.A. Leonov¹,
K.A. Udod², E.V. Stepanenko³

IMPROVING THE TRIBOLOGICAL CHARACTERISTICS OF 18KHGT STEEL AFTER CEMENTATION AND HARDENING HEAT TREATMENT

The work presents the results of the following researches:

– samples of gears made of 18KhGT steel (determination of the thickness of the cemented layer, distribution of microhardness over the thickness of the cemented layer, measurement of the surface and core hardness, analysis of the microstructure of the cemented layer and core);

– suspensions of grades VAP-2, VAP-4 and VFP-5 (determination of the conditional viscosity, mass fraction of nonvolatile substances, coating impact strength, coating elasticity in bending, coating adhesion, hardness and density).

There has been performed a comparative analysis of the tribological characteristics of solid lubricating coatings of the VAP-2, VAP-4 and VFP-5 grades on samples of steel 18KhGT after carburizing and hardening heat treatment.

Keywords: steel, gears, carburizing, hardness, microhardness, structure, diffusion layer, wear resistance, solid lubricant coating.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Акционерное общество «Выксунский металлургический завод» [Joint Stock Company «Vyksa Metallurgical Plant»]; e-mail: vzm@vsw.ru

³Публичное акционерное общество «ОДК-Кузнецов» [Public Joint Stock Company «UEC-Kuznetsov»]; e-mail: motor@kuznetsov-motors.ru

Введение

При реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий до 2030 года одним из перспективных направлений материаловедения является повышение эксплуатационных характеристик деталей, которые работают в экстремальных условиях, при интенсивном изнашивании и контактной усталости поверхности [1–3]. Прогрессивным методом повышения эксплуатационной надежности зубчатых колес и шестерен является процесс химико-термической обработки, который позволяет повысить твердость, износостойкость и контактную выносливость поверхности деталей [4–7]. Применение таких видов химико-термической обработки, как цементация или нитроцементация, приводит к формированию в поверхностном слое мелкодисперсной избыточной фазы, состоящей из карбидов или карбонитридов. Диффузионный слой после цементации, состоящий из карбидов, обладает высокой твердостью, износостойкостью и сопротивлением контактной усталости [4–11].

Одной из главных причин преждевременного выхода деталей из строя является износ цементованной поверхности, который зависит от условий работы деталей, вида трения, окружающей среды, наличия или отсутствия смазки в зоне контакта пары трения и т. д. В процессе эксплуатации зубчатые передачи в основном подвергаются адгезионному изнашиванию, которое происходит в результате разрыва масляной пленки и появления контакта между трущимися поверхностями в зубчатых передачах, что приводит к схватыванию металлов при совместном пластическом деформировании. С учетом того, что трущиеся поверхности находятся в постоянном движении, возникающие в местах контакта связи регулярно разрушаются по более слабому металлу. В результате таких схватываний и разрывов происходит перенос металла с одной детали на другую, наволакивание металла на одной из деталей, появление на поверхности рисок, задигов, заедания. Все это также приводит к появлению предпиттинговых трещин, ведущих к образованию питтингов [6–10].

Одним из способов, улучшающих антифрикционные свойства, является нанесение твердосмазочных покрытий на основе дисульфида молибдена марок ВАП-2, ВАП-4 или ВФП-5 на сопрягающиеся поверхности деталей [11–14].

Исследуемые в данной работе покрытия, которые производят во ФГУП «ВИАМ», рекомендованы для работы на воздухе, в вакууме, в среде минеральных масел, керосиновых топлив, смазок на минеральной основе, гидрожидкостей, синтетических масел типа ВНИИНП-50-1-4Ф и ИПМ-10. Покрытие работоспособно при температурах от -130 до +250 °С [15].

В данной работе проведена оценка применения антифрикционных покрытий марок ВАП-2, ВАП-4 или ВФП-5 для повышения трибологических характеристик стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 8.3. «Высокопрочные наноструктурированные конструкционные стали и диффузионные покрытия, полученные методами химико-термической обработки» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»).

Материалы и методы

Объектом исследования служили образцы шестерни, изготовленной из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки. Химический состав стали следующий, % (по массе) [16]:

C	Si	Mn	Cr	Ti	Fe
0,17–0,23	0,17–0,37	0,8–1,10	1,0–1,3	0,03–0,09	Основа

Сталь 18ХГТ применяется для изготовления средненагруженных деталей, в том числе шестерен, работающих при температурах до 250 °С. По сравнению с углеродистыми сталями эта сталь имеет более высокую прочность и глубокую прокаливаемость.

Цементацию и упрочняющую термическую обработку шестерен из стали 18ХГТ выполняли по следующей технологической схеме: цементация в твердом карбюризаторе, высокий отпуск с длительной выдержкой, закалка с последующим охлаждением в масле, низкий отпуск.

Для оценки качества изделий после цементации и упрочняющей термической обработки выполнены следующие исследования образцов шестерен, изготовленных из стали 18ХГТ:

- определение толщины цементованного слоя;
- распределение микротвердости по толщине цементованного слоя;
- измерение твердости поверхности и сердцевины;
- анализ микроструктуры цементованного слоя и сердцевины.

Толщину цементованного слоя определяли по распределению микротвердости от поверхности образца к сердцевине в соответствии с ПИ 1.2.669–2003 «Химико-термическая обработка». За толщину слоя принимали слой с твердостью более 500 НV (не менее 49 HRC).

Измерение микротвердости проводили на нетравленном микрошлифе в соответствии с ГОСТ 9450–76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников» на твердомере Durascan 20.

Измерение твердости по Роквеллу проводили в соответствии с ГОСТ 9013–59 «Метод измерения твердости по Роквеллу» на универсальном твердомере DuraVision 300.

Исследование металлографических шлифов после травления в 4%-ном растворе азотной кислоты проводили в соответствии с ГОСТ 8233–56 «Сталь. Эталоны микроструктуры» на оптическом металлографическом микроскопе Olympus GX-51, оснащенном фотокамерой и программой анализа изображений Analysis, при увеличениях $\times 100$ и $\times 500$.

Условную вязкость определяли в соответствии с ГОСТ 8420–74 «Материалы лакокрасочные. Методы определения условной вязкости» с применением вискозиметра ВЗ-246 с диаметром сопла $4,0 \pm 0,015$ мм вместимостью 100 ± 1 см³. Пробы суспензий отбирали в соответствии с ГОСТ 9980.2–2014 «Материалы лакокрасочные и сырье для них. Отбор проб, контроль и подготовка образцов для испытаний».

Массовую долю нелетучих веществ определяли в соответствии с ГОСТ 31939–2012 «Материалы лакокрасочные. Определение массовой доли нелетучих веществ». Для проведения испытаний применяли: тигли с плоским дном из алюминиевой фольги толщиной 0,2 мм, диаметром 80 мм и высотой бортика 5 мм; весы аналитические АН-220; печь для термической обработки Nabertherm.

Прочность покрытия при ударе определяли на приборе У-1А в соответствии с ГОСТ 4765–73 «Материалы лакокрасочные. Метод определения прочности при ударе».

Эластичность покрытия при изгибе определяли на приборе ШГ-2 в соответствии с ГОСТ 6806–73 «Материалы лакокрасочные. Метод определения эластичности пленки при изгибе».

Адгезию покрытия определяли в соответствии с ГОСТ 15140–78 «Материалы лакокрасочные. Методы определения адгезии» методом решетчатых надрезов.

Испытанию подвергали пластины из листовой стали марки 08кп толщиной 0,3 мм с однослойным твердосмазочным покрытием после термической обработки (рис. 1).

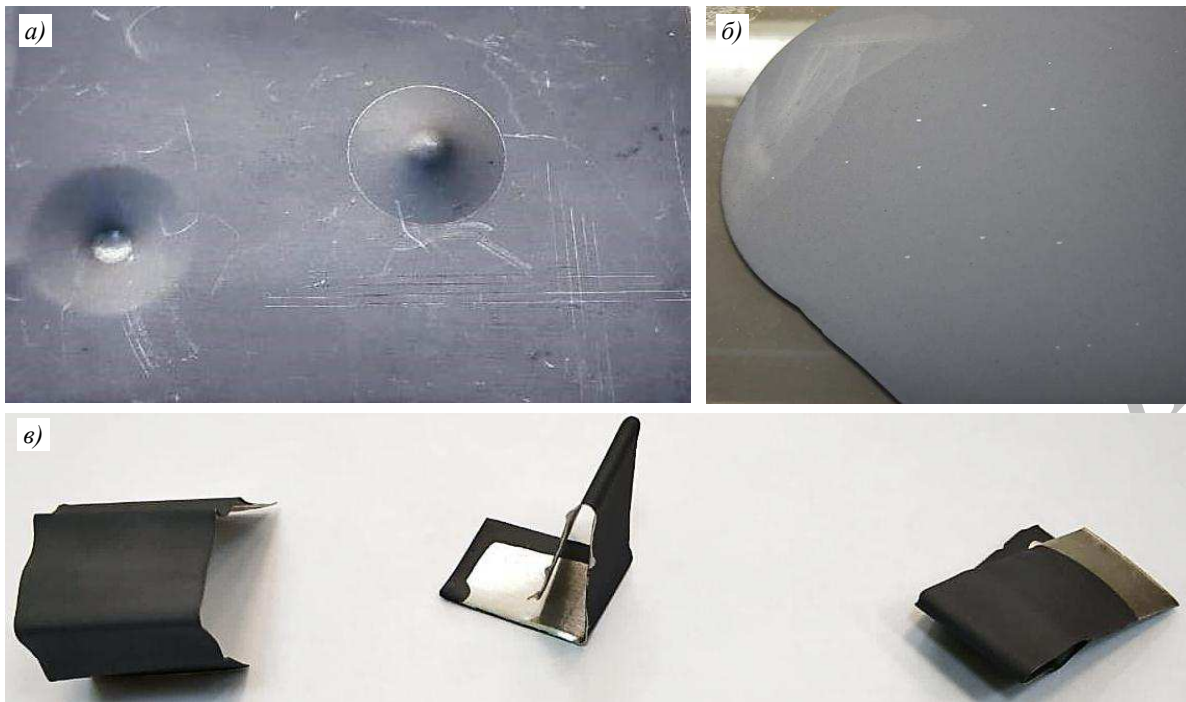


Рис. 1. Пластины с однослойным твердосмазочным покрытием после определения прочности покрытия при ударе (а), твердости пленки (б) и эластичности покрытия при изгибе (в)

Твердость пленки твердосмазочных покрытий оценивали на маятниковом приборе ТМЛ-2124 в соответствии с ГОСТ 5233–89 «Материалы лакокрасочные. Метод определения твердости покрытий по маятниковому прибору» (маятник – тип А). Для проведения испытаний на стеклянные пластины размером 90×120×1,8 мм наносили твердосмазочное покрытие в один слой и выполняли измерение в трех местах пластины (рис. 1).

Исследование структуры покрытий проводили на электронном микроскопе Phenom G2 Pro при ускоряющем напряжении 5 кВ и увеличениях ×2000 и ×3000.

Для оценки износостойкости материалов при сухом трении использовали трибометр Nanovea T-50. Испытания проводили по схеме «pin-on-disk» («стержень–диск») при линейной скорости вращения образца ~0,1 м/с и нагрузке на стержень 10 Н. В качестве контртела использовали шарик диаметром 6 мм из хромистой стали марки 52100 (аналог стали ШХ15), термообработанной на твердость 64 HRC.

Результаты и обсуждение

Исследование микрошлифа, изготовленного из поперечного темплета образца шестерни, прошедшего цементацию и упрочняющую термическую обработку, показало, что диффузионный слой имеет равномерное распределение по всем поверхностям, подвергавшимся цементации (рис. 2).

Толщину цементованного слоя на образце шестерни из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки измеряли по эвольвенте и впадине зуба:

Поверхность зуба	Толщина слоя, мм
Эвольвента	1,05
Впадина	0,95

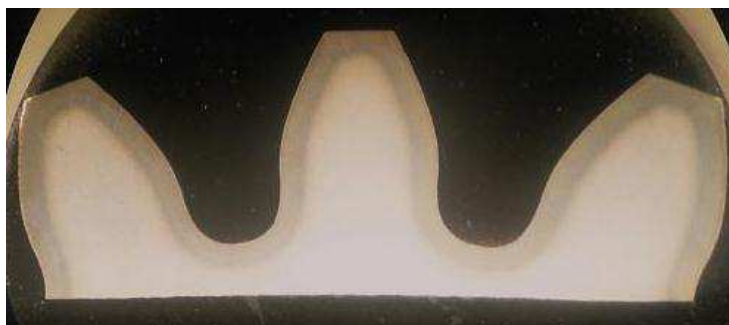


Рис. 2. Распределение цементованного слоя на образце шестерни из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки

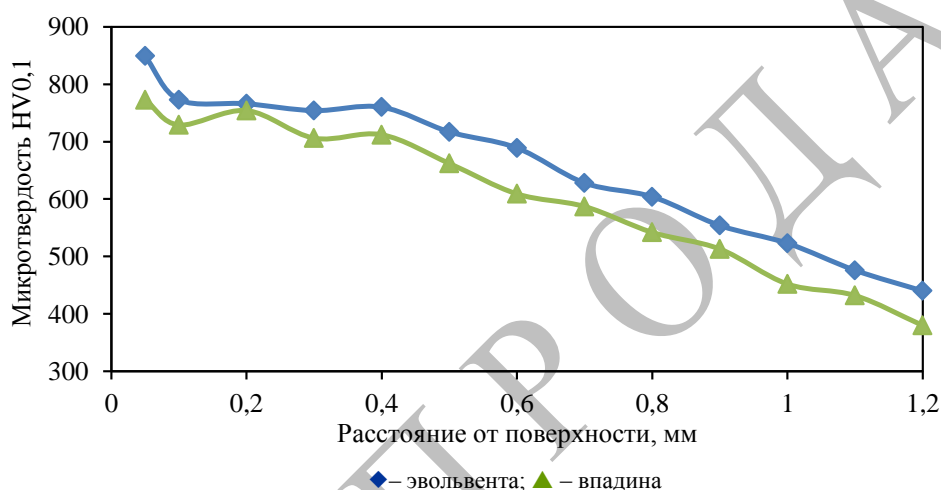


Рис. 3. Распределение микротвердости по толщине диффузионного слоя на образце шестерни из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки

Распределение микротвердости по толщине цементованного слоя представлено на рис. 3.

Твердость поверхности цементованного слоя на образце шестерни из стали 18ХГТ составила 61,3 HRC и сердцевины: 35 HRC.

Микроструктура цементованного слоя образца из стали 18ХГТ после упрочняющей термической обработки представлена на рис. 4, б. После цементации в диффузионном слое формируется мелкодисперсная избыточная фаза на основе железа, хрома и титана на глубину до 0,15 мм (рис. 4, а) предположительно стехиометрического состава: $(Fe, Cr)_3C$, $Cr_{23}C_6$ и TiC . Далее по глубине образуется мелкоигльчатый высокоуглеродистый мартенсит (рис. 4, в), а в микроструктуре сердцевины преобладает малоуглеродистый мартенсит (рис. 5).

Для повышения эксплуатационных характеристик стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки на образцах применяли твердосмазочные покрытия марок ВАП-2, ВАП-4 или ВФП-5 и проводили сравнительный анализ. Изготовление суспензий выполняли в условиях ФГУП «ВИАМ» на установке для смешивания пасты и высокодисперсных материалов ДИСПОД-Р185. Суспензии представляют собой композиции на основе дисульфида молибдена и эпоксидного связующего (ВАП-2) с добавлением графита (ВФП-5), а также графита и соединения кадмия (ВАП-4).

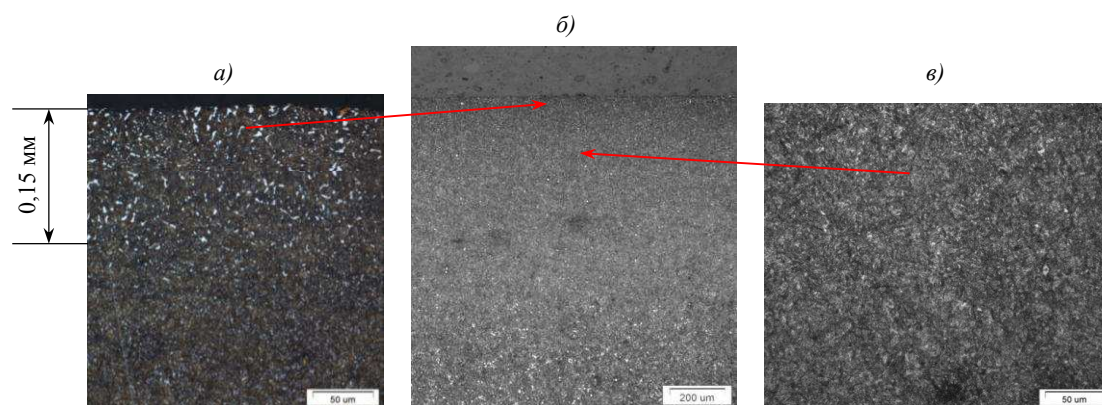


Рис. 4. Микроструктура цементованного слоя образца из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки

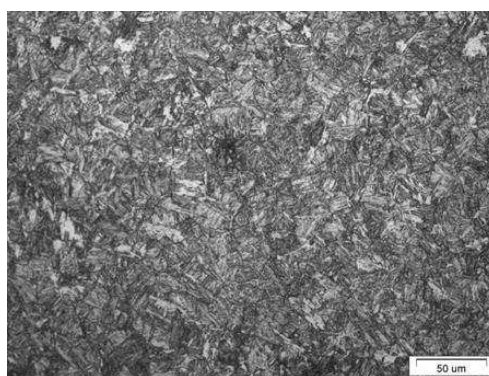


Рис. 5. Микроструктура сердцевины образца из стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки

После смешивания суспензий выполняли контроль готовой продукции на соответствие требованиям ТУ1-595-5-399–2005 «Суспензия ВАП-2», ТУ1-595-5-653–2005 «Суспензия ВАП-4» и ТУ1-595-5-400–2005 «Суспензия ВФП-5».

Приведенные в таблице результаты испытаний показали, что изготовленные суспензии соответствуют требованиям технических условий. Определяли внешний вид покрытий на их основе – все покрытия оказались ровные, матовые, равномерные по окраске и фактуре.

Результаты испытаний суспензий для твердосмазочных покрытий

Суспензия	Условная вязкость, с	Массовая доля нелетучих веществ, %	Прочность покрытия при ударе*, см	Эластичность покрытия при изгибе, мм	Адгезия покрытия, балл	Твердость пленки, усл. ед.	Толщина покрытия, мкм	Плотность суспензии, г/см ³
ВАП-2	17	56,1	50/50	2	1	0,57	15–25	1,29
ВФП-5	14	47,3	50/50	2	1	0,51	15–25	1,12
ВАП-4	18	48,6	50/50	2	1	0,53	15–25	1,16

* В числителе – прочность при прямом ударе, в знаменателе – при обратном ударе.

Структуры покрытий ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 на образцах из стали 18ХГТ после термической обработки представлены на рис. 6. Покрытие ВАП-2 представляет собой матрицу из эпоксидного лака и армирующего наполнителя – дисульфида молибдена

(рис. 6, а). Пластинчатая структура дисульфида молибдена благоприятно влияет на процесс трения в зоне контакта. Дополнительное армирование покрытия ВФП-5 графитом (рис. 6, б) позволяет снизить коэффициент трения пары трения и повысить стабильность работы. Для более высоконагруженных пар трения разработан состав ВАП-4, включающий три армирующих компонента (рис. 6, в). Введение в состав покрытия кадмиевого соединения сохраняет низкий коэффициент трения и повышает уровень воспринимаемых нагрузок. После нанесения и последующей полимеризации покрытия марок ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 обладают высокой адгезией к поверхности (1 балл).

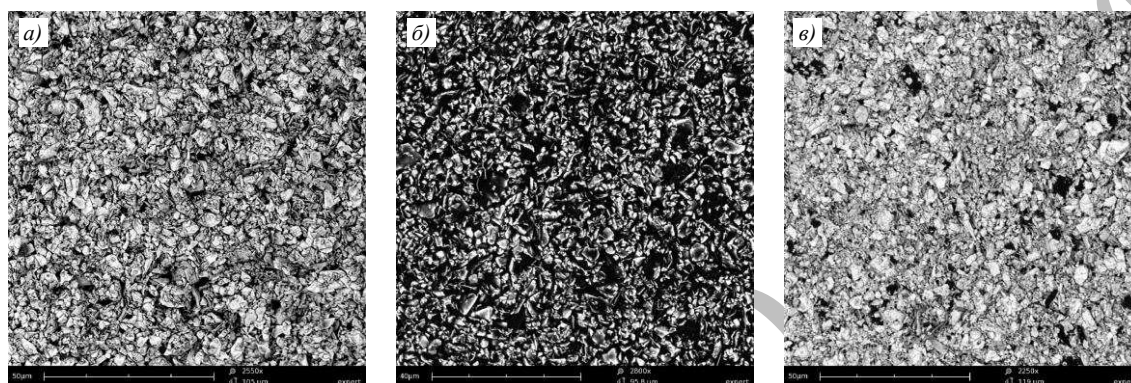


Рис. 6. Структуры твердосмазочных покрытий марок ВАП-2 (а), ВФП-5 (б) и ВАП-4 (в)

Для исследования трибологических характеристик сформированных покрытий ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 проведены испытания на износостойкость в условиях сухого трения по схеме «стержень–диск». Результаты измерений записывали с помощью датчиков фрикционной силы пары трения «образец–контртело» и датчика глубины износа LVDT, а затем выводили на диаграмму зависимости параметров от времени. Результаты измерений коэффициента трения представлены на рис. 7, удельной интенсивности изнашивания стали 18ХГТ с применением покрытий ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 – на рис. 8.

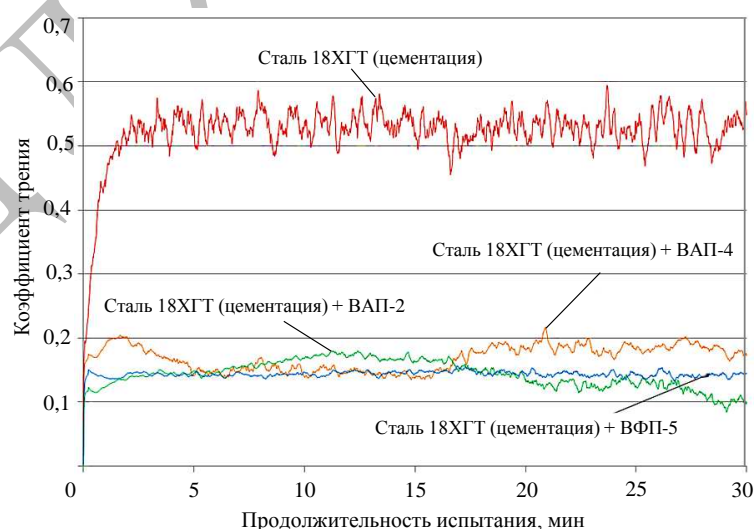


Рис. 7. Изменение коэффициента трения во времени при испытании на износ образцов из стали 18ХГТ с твердосмазочными покрытиями ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 после термической обработки

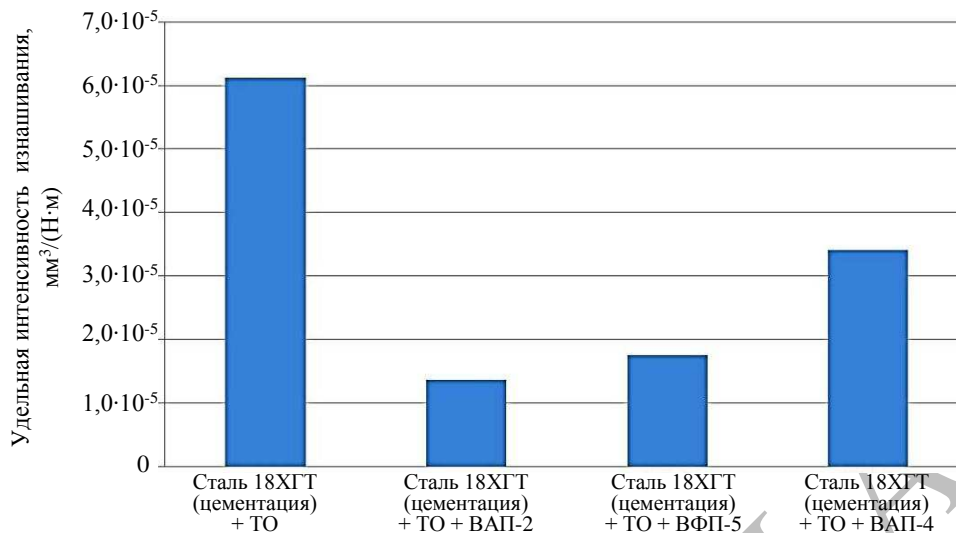


Рис. 8. Удельная интенсивность изнашивания образцов в зависимости от вида комбинированной обработки (ТО – термообработка)

Результаты испытаний на износ образцов в условиях сухого трения показали эффективность применения комбинированной обработки: цементации для создания твердой подложки и нанесения твердосмазочного покрытия. При работе пар трения высокую стабильность по коэффициенту трения показало применение покрытия ВФП-5, содержащего дополнительно графит. В данной паре трения зафиксирован наименьший максимальный коэффициент трения: 0,186. Различие по удельной интенсивности изнашивания образцов с покрытием ВАП-2 и ВФП-5 невелико, что может быть объяснено количеством компонентов в составе покрытия – увеличение их количества может незначительно повышать интенсивность изнашивания. Такой результат можно наблюдать на покрытии ВАП-4, имеющем в составе три армирующих компонента. Негативное влияние на удельную интенсивность изнашивания может оказывать также твердое мелкодисперсное соединение кадмия. Однако данное покрытие может выдерживать больший уровень нагрузок по сравнению с покрытиями ВАП-2 и ВФП-5.

Заключения

Для повышения эксплуатационных свойств (износостойкость и контактная выносливость) стали 18ХГТ применяют цементацию и упрочняющую термическую обработку. Исследования микроструктуры и микротвердости показали, что после цементации и окончательной термической обработки на образце шестерни по эвольвенте зуба сформировался диффузионный слой толщиной 1,05 мм, по впадине – 0,95 мм. В условиях сухого трения сталь обладает повышенной износостойкостью, но при этом и высоким значением коэффициента трения. Применение твердосмазочных покрытий марок ВАП-2, ВАП-4 или ВФП-5 позволяет снизить коэффициент трения и уменьшить удельную интенсивность изнашивания.

Структуры покрытий ВАП-2, ВФП-5 и ВАП-4 представляют собой пластины дисульфида молибдена в эпоксидной матрице, дополнительно армированной графитом и соединением кадмия. Применение дополнительных компонентов позволяет повысить уровень триботехнических свойств покрытий. Полимеризованные твердосмазочные покрытия марок ВАП-2, ВАП-4 или ВФП-5 на поверхности стали 18ХГТ после цементации и упрочняющей термической обработки обладают высокой адгезией к поверхности (1 балл).

Результаты испытаний на износ в условиях сухого трения показали, что наиболее стабильным и низким коэффициентом трения обладает покрытие ВФП-5, которое дополнительно содержит графит. Нанесение покрытия ВАП-2 позволило снизить удельную интенсивность изнашивания по сравнению с другими покрытиями, что может быть связано с количеством компонентов в составе покрытия. Наибольшим коэффициентом трения и удельной интенсивностью изнашивания поверхности обладает покрытие ВАП-4, что может быть связано с количеством компонентов и содержанием в составе покрытия кадмиевого соединения. Однако это покрытие может выдерживать более высокий уровень нагрузок при работе пары трения.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
2. Каблов Е.Н., Бакрадзе М.М., Громов В.И., Вознесенская Н.М., Якушева Н.А. Новые высокопрочные конструкционные и коррозионностойкие стали для аэрокосмической техники разработки ФГУП «ВИАМ» (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. №1 (58). С. 3–11. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-3-11.
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения и цифровые технологии их переработки // Вестник Российской академии наук. 2020. Т. 90. №4. С. 331–334.
4. Smirnov A.E., Shevchenko S.Y., Shchipunov V.S., Kunyaev V.E., Sevalnev G.S. Special Features of the Carbonitriding of Parts of Instrument Bearings Designed for Extreme Service Conditions // Metal Science and Heat Treatment. 2016. Vol. 58. No. 5–6. P. 287–292.
5. Smirnov A.E., Semenov M.Yu., Mokhova A.S., Sevalnev G.S. Use of combined methods of successive carburizing and nitriding of martensitic steels in low-pressure atmospheres // Metal Science and Heat Treatment. 2020. Vol. 62. No. 1–2. P. 127–132.
6. Сагарадзе В.С. Повышение надежности цементуемых деталей. М.: Машиностроение, 1975. 216 с.
7. Козловский И.С. Химико-термическая обработка шестерен. М.: Машиностроение, 1970. 232 с.
8. Смирнов А.Е. Оптимизация технологических факторов вакуумной нитроцементации комплексно-легированных сталей мартенситного класса // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2019. №2. С. 13–19.
9. Громов В.И., Кротов В.Н., Курпякова Н.А., Седов О.В., Дорошенко А.В. Влияние остаточного аустенита на структуру и свойства диффузионного слоя стали мартенситного класса после вакуумной цементации // Авиационные материалы и технологии. 2016. №4 (45). С. 3–8. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-4-3-8.
10. Kolmykov V.I., Romanenko D.N., Aabyshv K.I., Bedin V.V. Efficiency of surface hardening by carburizing steel objects operating under abrasive wear conditions // Chemical and Petroleum Engineering. 2015. Vol. 51. No. 1–2. P. 58–61.
11. Авиационные зубчатые передачи и редукторы: справочник / под ред. Э.Б. Вулгакова. М.: Машиностроение, 1981. 374 с.
12. Горлов Д.С., Скрипак В.И., Мубояджян С.А., Егорова Л.П. Исследование фреттинг-износа твердосмазочного, шликерного и ионно-плазменного покрытий // Труды ВИАМ. 2017. №3 (51). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 09.09.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-3-7-7.
13. Болсуновская Т.А., Ефимочкин И.Ю., Севостьянов Н.В., Бурковская Н.П. Влияние марки графита в качестве твердой смазки на триботехнические свойства металлического композиционного материала // Труды ВИАМ. 2018. №7 (67). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-7-69-77.
14. Горлов Д.С., Щепилов А.В., Заклякова О.В., Гаджихалилова С.И. Влияние типа покрытия на демпфирующую способность // Труды ВИАМ. 2018. №8 (68). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 24.09.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-120-129.
15. Антифрикционные суспензии / Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации. URL: <https://catalog.viam.ru/catalog/suspenszii> (дата обращения: 16.09.2020).
16. ГОСТ 4543–2016. Металлопродукция из конструкционной легированной стали. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2019. 53 с.

УДК 678.8

А.И. Ткачук¹, К.И. Донецкий¹, И.В. Терехов¹, Р.Ю. Караваяв¹

ПРИМЕНЕНИЕ ТЕРМОРЕАКТИВНЫХ СВЯЗУЮЩИХ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ МЕТОДАМИ БЕЗАВТОКЛАВНОГО ФОРМОВАНИЯ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-22-33

Рассмотрены реологические, термостойкие и упруго-прочностные характеристики разработанных во ФГУП «ВИАМ» термореактивных связующих (эпоксидных – марок ВСЭ-20, ВСЭ-30, ВСЭ-33, бисмалеимидного – марки ВСТ-57 и цианэфирных – марок ВСТ-1210 и ВСТ-60), перерабатываемых по безавтоклавным технологиям. Данные связующие позволяют получать методами вакуумной инфузии, пропитки под давлением и по пленочной технологии композиционные материалы конструкционного назначения с рабочей температурой от -60 до +250 °С. Приведены также температуры стеклования и механические свойства угле- и стеклопластиков, получаемых на их основе.

Ключевые слова: безавтоклавное формование; эпоксидные, бисмалеимидные, цианэфирные связующие; вакуумная инфузия; пленочная технология; полимерные композиционные материалы.

A.I. Tkachuk¹, K.I. Donetsky¹, I.V. Terekhov¹, R.Yu. Karavaev¹

THE USE OF THERMOSETTING MATRICES FOR THE MANUFACTURE OF POLYMER COMPOSITE MATERIALS BY THE NON-AUTOCCLAVE MOLDING METHODS

In work, the rheological, heat-resistant and elastic-strength characteristics of thermosetting systems developed at FSUE «VIAM» (epoxy matrices of grades VSE-20, VSE-30, VSE-33, bismaleimide grade VST-57 and cyan ester matrices of grades VST-1210 and VST-60) processed by non-autoclave technologies. These resins make it possible to obtain composite materials for structural purposes with an operating temperature from -60 to 250 °C by the methods of vacuum infusion, impregnation under pressure and film technology. The work also presents glass transition temperatures and mechanical properties of carbon and fiberglass plastics obtained on their basis.

Keywords: autoclave-free molding; epoxy, bismaleimide, cyanoester matrices; vacuum infusion; film technology; polymer composite materials.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Композиционные материалы с полимерной матрицей нашли широкое распространение в различных областях: в автомобилестроении, при производстве аэрокосмических, авиационных, морских, энергетических и спортивных изделий [1–3]. Однако конкуренция на мировом рынке диктует особые требования к повышению производительности и качества материалов и необходимости уменьшения производственных затрат, что приводит к поиску и развитию новых промышленных процессов [4–6].

Таким образом, на смену длительному времени преобладающим методам препрегово-автоклавного формования пришли более экономичные безавтоклавные технологии переработки в изделия из полимерных композиционных материалов (ПКМ) [7, 8]. Одним из перспективных направлений безавтоклавных технологий переработки является жидкое формование композитов (за рубежом используется термин Liquid Composite Molding – LCM). Основные преимущества процессов LCM связаны с возможностью:

- изготовления чрезвычайно сложных деталей двойной кривизны с исключительно точными размерами;
- включения литевых элементов (например, секции многослойной сердцевины) во внутреннюю часть детали;
- гибкого использования технологической оснастки;
- снижения отходов производства;
- гладкой отделки поверхности деталей из ПКМ;
- сокращения количества деталей, т. е. изготовления за один технологический цикл сложной и многокомпонентной крупногабаритной композитной конструкции;
- использования современного программного обеспечения, позволяющего моделировать процессы переработки в изделия из ПКМ, что значительно снижает экономические затраты и производственные риски.

Существует несколько основных технологий получения деталей из ПКМ жидким формованием [9, 10]:

- пропитка пленочным связующим (Resin Film Infusion – RFI);
- пропитка под вакуумом (Vacuum Infusion – VaRTM);
- пропитка под давлением (Resin Transfer Molding – RTM).

Различия между этими процессами связаны с технологическими требованиями к связующим, используемым технологическими материалами и движущей силой, вызывающей пропитку волокнистого наполнителя связующим (внешнее избыточное давление или внутренний вакуум). В частности, процесс пропитки под давлением относительно эффективен и автоматизирован для средних и высоких объемов производства и широко используется для изготовления трехмерных структур, требующих жестких допусков на размеры на нескольких поверхностях. Основным ограничением процесса являются относительно высокие начальные инвестиции для изготовления технологической оснастки.

Базовый процесс пропитки под давлением состоит из нескольких последовательных этапов:

- выкладка волокнистого наполнителя в заданную геометрическую форму;
- перемещение такой преформы в закрытую форму;
- пропитка под давлением связующим с низкой вязкостью;
- отверждение детали при повышенной температуре в закрытой форме под давлением;
- выпрессовка и очистка отвержденной детали.

Процесс вакуумной инфузии похож на процесс пропитки под давлением, однако в этом случае применяется давление вакуума вместо положительного давления для пропитки преформ [11, 12].

Самым большим преимуществом вакуумной инфузии является то, что инструмент в разработке намного дешевле и проще, чем инструменты для ее реализации для традиционных процессов RTM. Кроме того, поскольку для обработки не требуется автоклав, существует возможность изготавливать очень большие конструкции с использованием процессов VaRTM, такие как корпус яхты. Кроме того, в процессах вакуумной инфузии используются гораздо более низкие давления, поэтому легкие пенопласты не сложно включить в укладку. Данную технологию многие годы использовали для изготовления корпусов лодок из стекловолокна, но относительно недавно она стала широко применяться в аэрокосмической промышленности.

Пленочная технология переработки (RFI) – это процесс, первоначально разработанный НАСА и подразделением McDonnell-Douglas (в настоящее время – Boeing) в Лонг-Бич, основанный на использовании инфузии тонких слоев пленки связующего между слоями сухой заготовки наполнителя, при этом весь материал упакован в вакуумный мешок. Комбинированное действие тепла и давления снижает вязкость связующего, которое начинает течь через преформу и пропитывает пакет с наполнителем [13, 14]. Преимущество данного процесса заключается в том, что связующему не нужно протекать очень глубоко, чтобы пропитать каждый слой наполнителя, а давления в вакуумном мешке часто бывает достаточно для полной пропитки.

Накопленный опыт в области разработки композиционных материалов позволил разработать во ФГУП «ВИАМ» обширную номенклатуру термореактивных связующих на основе эпоксидных, бисмалеимидных смол и циановых эфиров, перерабатываемых по безавтоклавной технологии [15–18]. Полимерные связующие марок ВСЭ-20, ВСЭ-30, ВСЭ-33, ВСТ-57, ВСТ-1210 и ВСТ-60 используются для изготовления угле- и стеклопластиков по пленочной технологии, методом пропитки под давлением и по технологии вакуумной инфузии, а композиционные материалы на их основе имеют широкий диапазон рабочих температур – вплоть до 250 °С [19–21].

В данной работе приводятся технологические и эксплуатационные характеристики связующих марок ВСЭ-20, ВСЭ-30, ВСЭ-33, ВСТ-57, ВСТ-1210 и ВСТ-60 производства ФГУП «ВИАМ» и свойства стекло- и углепластиков, полученных на их основе.

Материалы и методы

Предметом исследования являются связующие марок ВСЭ-20, ВСЭ-30, ВСЭ-33, ВСТ-57, ВСТ-1210 и ВСТ-60 производства ФГУП «ВИАМ». Температуру и продолжительность отверждения связующего подбирали по разным режимам.

Температуру стеклования отвержденных образцов связующих измеряли в соответствии с ASTM E1640 при скорости нагрева 10 °С/мин. Испытания проводили с использованием термоанализатора динамическо-механической модификации DMA 242C (фирма Netzsch) на образцах размером 50×10×4 мм.

Вязкость образцов связующих измеряли в термоячейке на вискозиметре Брукфильда марки DV2TLV в соответствии с ГОСТ 25271–93.

Время гелеобразования связующих определяли на автоматическом гель-таймере GelTimer Gelnorm, а механические характеристики – на испытательной машине ИР5282-50 при комнатной температуре. Испытание проводили на образцах размером 80×10×4 мм, расстояние между опорами 60 мм, скорость испытания 5 мм/мин.

Результаты и обсуждение

Одним из перспективных методов изготовления крупногабаритных деталей является пленочная технология, позволяющая контролировать содержание связующего в изделиях без дополнительного использования сложной и дорогостоящей оснастки.

Успешное изготовление деталей из ПКМ по данной технологии зависит не только от грамотно выбранной технологической оснастки, ее конструкции, учета проницаемости волокнистого наполнителя, но и от понимания кинетики процессов отверждения связующего, характера изменения его реологических характеристик в процессе пропитки и последующего отверждения. Например, для пропитки большой преформы сложной геометрической формы потребуется низковязкое связующее, обеспечивающее сохранение технологической жизнеспособности в течение 1–2 ч. Во ФГУП «ВИАМ» разработано однокомпонентное эпоксидное связующее марки ВСЭ-20 для переработки в ПКМ по пленочной технологии [20, 21], которое характеризуется длительным

сохранением вязкости в диапазоне от 0,5 до 0,7 Па·с при температуре переработки 105 °С (рис. 1). При комнатной температуре пленочное связующее марки ВСЭ-20 обладает необходимыми контактной липкостью и эластичностью, обеспечивающими возможность фиксирования пленки в процессе сборки технологического пакета, а также тиксотропными свойствами, не позволяющими связующему растекаться по поверхности оснастки при комнатной температуре.

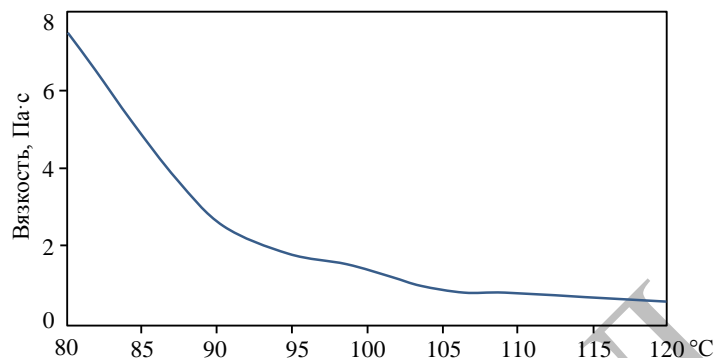


Рис. 1. Зависимость вязкости эпоксидного связующего марки ВСЭ-20 от температуры

Технологические и эксплуатационные характеристики пленочного связующего марки ВСЭ-20:

Свойства	Значения свойств
Вязкость при температуре 105 °С, Па·с	0,7
Время гелеобразования при температуре 145 °С, мин	38
Жизнеспособность препрега при температуре 20 °С, сут	15
Температура доотверждения в течение 3 ч, °С	180
Температура стеклования, °С	175
Температура стеклования полимерной матрицы после влагонасыщения, °С	132
Влагонасыщение отвержденного связующего, %	2,0
Прочность при растяжении при температуре 20 °С, МПа	93
Модуль упругости при растяжении при температуре 20 °С, ГПа	3,8
Удлинение при растяжении при температуре 20 °С, %	2,6
Прочность при статическом изгибе при температуре 20 °С, МПа	156
Модуль упругости при статическом изгибе при температуре 20 °С, ГПа	3,4

Механические характеристики угле- и стеклопластиков, полученных на основе связующего марки ВСЭ-20 при температуре 20 °С:

Свойства	Углепластик ЭЛУР-П	Стеклопластик Т-10(ВМП)-4с
Прочность при межслойном сдвиге, МПа	83	88
Прочность при статическом изгибе, МПа	1150	1150
Прочность при сжатии, МПа	1020	776

Образцы угле- и стеклопластиков, полученные на основе связующего марки ВСЭ-20, характеризуются высокими прочностными свойствами при сжатии и статическом изгибе. Значения прочности при межслойном сдвиге для пластиков >80 МПа указывают на тот факт, что разработанное связующее обладает высоким уровнем адгезии к стекло- и углеволокну, что в свою очередь обеспечивает получение монолитного композиционного материала.

Безавтоклавная пленочная технология, используемая при переработке связующего марки ВСЭ-20, позволяет получать конструкционные детали из ПКМ на основе различных волокнистых наполнителей с заданным объемным содержанием наполнителя в пластике.

Во ФГУП «ВИАМ», наряду с пленочной технологией, разработана широкая номенклатура термореактивных связующих с разным типом полимерной матрицы на основе эпоксидных (ВСЭ-30, ВСЭ-33), бисмалеимидных (ВСТ-57) смол и циановых эфиров (ВСТ-1210, ВСТ-60) для изготовления ПКМ инъекционными методами – методом пропитки под давлением и по технологии вакуумной инфузии. Оптимально подобранные вязкость связующих и их технологическая жизнеспособность обеспечивают эффективную инъекцию связующего в форму в течение всего технологического цикла пропитки. Для выполнения этих требований вязкость связующего не должна превышать 0,5 Па·с. При этом связующие в процессе формования ПКМ отверждаются без значительного экзотермического эффекта, способного вызывать термодеструкцию и возникновение дефектов в материале. С этой целью при разработке полимерных связующих безавтоклавными методами формования применялись различные жидкие низковязкие отвердители, активные разбавители, которые и смогли обеспечить необходимые технологические и эксплуатационные характеристики.

Для изготовления низко- и средненагруженных деталей конструкционного назначения (в том числе и авиационного) из ПКМ с рабочей температурой до 80 °С методом вакуумной инфузии во ФГУП «ВИАМ» разработано двухкомпонентное связующее марки ВСЭ-30 с высокими термомеханическими, упруго-прочностными и реологическими свойствами. Одним из основных преимуществ данного связующего является энергоэффективный режим доотверждения до температуры 120 °С, в то время как формообразование происходит уже при температурах 15–30 °С [22].

Раздельная упаковка компонентов (компоненты А и Б), входящих в состав связующего марки ВСЭ-30, способствует повышению длительности хранения разработанной композиции и позволяет снизить затраты на транспортировку и хранение связующего до момента его применения за счет исключения затрат на использование холодильной техники.

Полимеризация связующего марки ВСЭ-30 (рис. 2) после совмещения компонентов при комнатной температуре в течение ~90 мин протекает плавно, без резкого нарастания вязкости, что обеспечивает возможность получения монолитной конструкции из ПКМ.

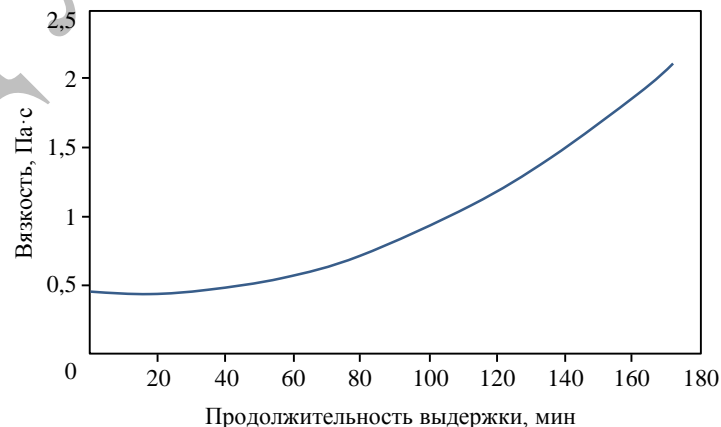


Рис. 2. Зависимость вязкости эпоксидного связующего марки ВСЭ-30 от продолжительности изотермической выдержки при температуре 25 °С

Технологические и эксплуатационные характеристики пленочного связующего марки ВСЭ-30:

Свойства	Значения свойств
Вязкость при температуре 25°C, Па·с	0,45
Время гелеобразования при температуре 60 °С, мин	45
Жизнеспособность при температуре 25±5 °С, мин	100
Температура доотверждения в течение 4 ч, °С	120
Температура стеклования, °С	115
Температура стеклования полимерной матрицы после влагонасыщения, °С	103
Плотность, г/см ³	1,12
Прочность при растяжении, МПа, при температуре, °С:	
20	75
80	56
Относительное удлинение при растяжении, %, при температуре, °С:	
20	2,9
80	2,2
Прочность при статическом изгибе, МПа, при температуре, °С:	
20	145
80	92

Технологические и эксплуатационные характеристики углепластика, полученного на основе пленочного связующего марки ВСЭ-30:

Свойства	Значения свойств
Прочность при растяжении, МПа	535
Модуль упругости при растяжении, ГПа	69
Остаточная прочность после удара, МПа	265
Прочность при сжатии, МПа	390
Изгибающее напряжение, МПа	870
Плотность, г/см ³	1,42
Пористость, %	0,6

Испытания физико-механических характеристик связующего марки ВСЭ-30 показали, что оно отличается высоким значением прочности при статическом изгибе (до 145 МПа) и сохранением свойств (не менее 65%) при температуре 80 °С.

По инфузионной технологии изготовлены образцы ПКМ, полученные на основе триаксиальной плетеной преформы и связующего марки ВСЭ-30, и исследованы их физико-механические и термомеханические свойства [19, 23]. Следует отметить низкие значения объемной пористости (<0,6%) и повышенную остаточную прочность после удара (до 265 МПа).

Во «ФГУП ВИАМ» для получения изделий из ПКМ с рабочей температурой до 120 °С по технологии вакуумной инфузии или методом пропитки под давлением разработано однокомпонентное эпоксидное связующее марки ВСЭ-33 со свойствами на уровне импортного аналога – связующего марки PRISM (компания Cytec, США): технологическими – исходной вязкостью и временем ее сохранения в течение не менее 6 ч (на уровне связующего марки PRISM); эксплуатационными для ПКМ – рекомендованной рабочей температурой 120 °С, прочностью при статическом изгибе 145 МПа, что позволяет изготавливать крупногабаритные и геометрически сложные по форме изделия не только для авиационной техники, но и для других отраслей промышленности (строительной, энергетической и др.) [24].

Гарантированный срок хранения связующего при комнатной температуре составляет не менее 30 сут, что уменьшает затраты на транспортировку и хранение до момента использования без применения охлаждающего оборудования.

Технологические и эксплуатационные характеристики связующего марки ВСЭ-33:

Свойства	Значения свойств
Время гелеобразования при температуре 145 °С, мин	168
Вязкость при температуре 100 °С, Па·с	0,2
Время сохранения кажущейся вязкости связующего менее 1 Па·с при температуре 100 °С, мин	Не менее 420
Температура доотверждения в течение 3 ч, °С	180
Температура стеклования, °С	167
Температура стеклования полимерной матрицы после влагонасыщения, °С	150
Влагонасыщение отвержденного связующего, %	1,8
Плотность отвержденного связующего, г/см ³	1,21
Прочность при статическом изгибе, МПа, при температуре, °С:	
20	145
120	88
Модуль упругости при статическом изгибе, ГПа, при температуре, °С:	
20	3,7
120	2,5
Технологическая жизнеспособность при хранении при температуре 20 °С, сут	Не менее 30

«Ключом» к производству методом пропитки под давлением или по технологии вакуумной инфузии рентабельных конструктивных деталей на рынке авиакосмической промышленности и гражданской индустрии является предварительная формовка армирующих волокон в оптимальных направлениях для загрузки компонентов и их удержания в этих положениях во время пропитки связующим.

В настоящее время с университетами и крупными аэрокосмическими компаниями осуществляются совместные программы по разработке методов автоматизированного процесса выкладки волокон и трехосного плетения для производства преформ в форме сетки с минимальными затратами. Такие иностранные компании, как Hexcel (США), Cytec (США), Hexion (Германия) и другие, являющиеся производителями связующих и волокнистых наполнителей, также участвуют в оптимизации методов связывания армирующих тканей во время резки и сборки для производства жестких преформ.

Для облегчения процесса выкладки наполнителя, особенно при изготовлении объемных деталей, за рубежом активно используется специальный полимерный фиксирующий состав – биндер (binder), наносимый на волокно, жгуты или ткань и впоследствии совместимый с инъекционным связующим. Так, для автоматизированной выкладки компания Huntsman (США) поставляет биндер марки ХВ3366 с возможностью его нанесения на волокнистый наполнитель; компания Hexcel поставляет пакет материалов на основе однонаправленного углеродного жгута Hexcel HiTape® (в сочетании с биндером HexTow® и связующими марки HexFlow) с последующим применением его преформы, выполненной на основе данного жгута. Кроме того, с помощью биндера в полимерную матрицу можно ввести дополнительное количество модифицирующих добавок (термопласты, микродисперсные наполнители и т. д.) для увеличения прочностных свойств композиционного материала. Например, компания Cytec разработала

комплект материалов PRIFORM, где полимерный биндер вплетен в текстильную заготовку, в процессе пропитки связующим он растворяется в нем, таким образом увеличивая долю термопласта в матрице [25].

Во ФГУП «ВИАМ» разработан порошковый полимерный биндер марки ВПБ-45, а также отработана технология его нанесения на углеродные волокна для соединения их в широкую углеродную ленту, пригодную для проведения автоматизированной выкладки. Методом вакуумной инфузии изготовлены образцы углепластиков на основе связующего марки ВСЭ-33 и полученной углеродной ленты с полимерным биндером марки ВПБ-45, а также исследованы их физико-механические свойства.

Средние значения свойств образцов углепластика:

Свойства	Значения свойств
Прочность при растяжении, МПа	2810
Модуль упругости при растяжении, ГПа	1855
Пористость, %	0,83
Прочность при сдвиге, МПа	94
Прочность при сжатии, МПа	1100
Плотность, г/см ³	1,53

Таким образом, связующее марки ВСЭ-33 позволяет изготавливать детали из ПКМ конструкционного назначения с характеристиками, не уступающими характеристикам изделий, полученных на основе импортного связующего PRISM (компания Cytec). Кроме того, в комплекте с углеродным армирующим наполнителем с нанесенным порошковым полимерным биндером марки ВПБ-45 оно может быть использовано для изготовления нагруженных изделий по технологии вакуумной инфузии или методом пропитки под давлением.

Линейка теплостойких полимерных связующих, перерабатываемых по инъекционным технологиям, представлена бисмалеимидным связующим марки ВСТ-57 и цианэфирными связующими марок ВСТ-1210 и ВСТ-60.

Связующие на основе бисмалеимидных смол представляют собой перспективный класс терморезистивных олигомеров, так как обладают рядом интересных характеристик, а именно: стабильными диэлектрическими свойствами в широком интервале температур, высокими показателями термо- и теплостойкости и способностью сохранять механические характеристики при повышенных температурах и во влажных средах [17, 26].

Бисмалеимидное связующее марки ВСТ-57 разработано для изготовления методом пропитки под давлением или по технологии вакуумной инфузии размеростабильной полимерной оснастки из ПКМ с рабочей температурой до 250 °С. При выборе состава связующего учитывали слабую сырьевую базу, представленную на рынке в России, поэтому конечный состав ориентирован на промышленно доступные отечественные компоненты. Связующее марки ВСТ-57 является однокомпонентным и легко перерабатывается в ПКМ в диапазоне температур от 100 до 120 °С. При температуре, не превышающей 25 °С, может храниться до 3 мес. Основными преимуществами данного связующего являются низкое значение температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) для стекло- и углепластиков, изготовленных на его основе, а также высокое сохранение прочностных и термомеханических характеристик после термо- или тепловлажностного воздействия. Так, температура стеклования отвержденного связующего после тепловлажностного воздействия сохраняется на уровне 260 °С.

Технологические и эксплуатационные характеристики связующего марки ВСТ-57:

Свойства	Значения свойств
Вязкость при температуре 120 °С, Па·с	0,32
Вязкость связующего после изотермической выдержки при температуре 120 °С в течение 1 ч, Па·с	0,61
Вязкость связующего при температуре 120 °С после выдержки 30 сут при температуре 25 °С, Па·с	0,4
Температура доотверждения в течение 4 ч, °С	250
Температура стеклования, °С	276
Температура стеклования полимерной матрицы после влагонасыщения, °С	260
Плотность, г/см ³	1,25
Температура начала разложения отвержденного связующего на воздухе, °С	407
Прочность при растяжении при температуре 20 °С, МПа	70
Прочность при статическом изгибе при температуре 20 °С, МПа	62

Связующее марки ВСТ-57 дополнительно исследовали в условиях старения в диапазоне температур от 200 до 250 °С. Установлено, что в отвержденных отливках связующего после термообработки в течение 500 ч при данных температурах не наблюдается видимых дефектов (трещин, коробления и т. д.), при этом сохраняются термические и упруго-прочностные свойства [26].

Поскольку связующее марки ВСТ-57 в первую очередь ориентировано на изготовление термостойкой размеростабильной оснастки, провели работы по исследованию ТКЛР, который измеряли в диапазоне температур от 20 до 250 °С как для отливок связующего, так и для образцов угле- и стеклопластиков, полученных на основе углеродной ткани ВТкУ-2.200 и стеклоткани Т-10-14. Установили, что ТКЛР образцов на основе стеклоткани Т-10-14 при температуре до 250 °С не превышает $\bar{\alpha}_{cp}=15,17 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, а для образцов на основе углеродной ткани ВТкУ-2.200 при той же температуре он в 5 раз меньше и составляет $\bar{\alpha}_{cp}=3,18 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Проведение испытаний образцов углепластика, полученных на основе углеродной ткани ВТкУ-2.200 и связующего марки ВСТ-57, на термоциклирование (100 циклов режима «нагрев–охлаждение» при температурах 50–250 °С) для имитации процесса формования и съема изделий показало высокое сохранение прочностных характеристик (~(73–88)%) относительно исходных при небольшом изменении теплоустойкости, что позволяет обеспечить целостность технологической оснастки на основе данного связующего в процессе ее многократной эксплуатации – вплоть до температуры 250 °С. Более подробную информацию по связующему марки ВСТ-57 можно получить в работе [26].

В номенклатуре продукции ФГУП «ВИАМ» имеются также цианэфирные связующие, перерабатываемые по технологии вакуумной инфузии и методом пропитки под давлением, – марок ВСТ-1210 и ВСТ-60. Материалы, полученные на основе связующего марки ВСТ-1210, паспортизованы на рабочие температуры до 200 °С, а связующее марки ВСТ-60 работоспособно при температурах до 300 °С. Более подробную информацию по рассматриваемым связующим можно получить в работах [27–29].

Технологические и эксплуатационные характеристики связующих марок ВСТ-1210 и ВСТ-60:

Свойства	Связующее	
	ВСТ-1210	ВСТ-60
Вязкость, Па·с (не более)	0,5 (при температуре 70 °С)	0,5 (при температуре 90 °С)
Температура стеклования отвержденного связующего, °С	240±5	405±5
Плотность отвержденного связующего, г/см ³	1,21±0,05	1,26±0,05
Прочность при изгибе, МПа	120±10	100±10
Модуль упругости при изгибе, ГПа	3,5±0,1	3,1±0,1
Прочность при растяжении, МПа	70±5	75±5
Модуль упругости при растяжении, ГПа	3,0±0,1	4±0,1
Относительное удлинение при растяжении, %	2,5±0,1	2,0±0,1
Равновесное водопоглощение, %	2,5±0,1	3,5±0,1

Все представленные цианэфирные связующие могут найти применение для изготовления конструкционных изделий из ПКМ – узлов и агрегатов авиационной техники. Так, методом VaRTM изготовлен образец-демонстратор крышки капота двигателя вертолета семейства «Ка» из углепластика ВКУ-48, полученного на основе связующего марки ВСТ-1210. При исследовании образца-демонстратора методами неразрушающего контроля дефектов конструкции не выявлено.

Заключения

Представлены технологические и эксплуатационные характеристики полимерных связующих марок ВСЭ-20, ВСЭ-30, ВСЭ-33, ВСТ-57, ВСТ-1210 и ВСТ-60 и пластиков на их основе, перерабатываемых по безавтоклавным технологиям.

Эпоксидное связующее марки ВСЭ-20 обеспечивает получение конструкционных изделий из ПКМ по пленочной технологии на основе различных волокнистых наполнителей, эксплуатируемых при рабочих температурах до 120 °С.

Эпоксидные связующие марок ВСЭ-30 и ВСЭ-33 могут перерабатываться по технологиям VaRTM и RTM для получения композиционных материалов с рабочими температурами 80 и 120 °С. Благодаря формообразованию при комнатной температуре двухкомпонентное связующее марки ВСЭ-30 удобно для применения при выполнении различных технологических задач, а также характеризуется повышенными значениями прочности при статическом изгибе.

Связующее марки ВСЭ-33 по своим свойствам находится на уровне импортного аналога – эпоксидного связующего PRISM (компания Cytec, США). Кроме того, в комплекте с углеродным армирующим наполнителем с нанесенным полимерным биндером марки ВПБ-45 оно может быть использовано для изготовления конструкций крыла методом вакуумной инфузии.

Бисмалеимидное связующее марки ВСТ-57 может быть рекомендовано для изготовления инъекционными методами (VaRTM и RTM) термостойкой размеростабильной полимерной оснастки с рабочей температурой до 250 °С. Разработанные во ФГУП «ВИАМ» цианэфирные связующие характеризуются высокими значениями теплостойкости и сохранением физико-химических свойств при повышенных температурах эксплуатации. Полимерные композиционные материалы, полученные на основе рассмотренных связующих, перспективны для применения в теплонагруженных конструкциях и агрегатах авиационной техники.

Благодарности

Авторы выражают благодарность за помощь в работе сотрудникам ФГУП «ВИАМ» Я.М. Гуревичу, А.Н. Кудрявцевой, к.х.н. Е.В. Долговой, К.Р. Ахмадиевой, М.И. Мишуну, Р.А. Сатдинову.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
2. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // *Интеллект и технологии*. 2016. №2. С. 16–22.
3. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Бабин А.Н., Мухаметов Р.Р., Панина Н.Н. Разработки ФГУП «ВИАМ» в области расплавных связующих для полимерных композиционных материалов // *Полимерные материалы и технологии*. 2016. Т. 2. №2. С. 37–42.
4. Вешкин Е.А. Технологии безавтоклавного формования низкопористых полимерных композиционных материалов и крупногабаритных конструкций из них: дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2016. 146 с.
5. Dragan A., Pierpaolo C. *Soft Computing in Design and Manufacturing of Composite Material Applications in brake friction and thermoset matrix composites*. Cambridge: Woodhead Publishing, 2015. 320 p.
6. Каблов Е.Н., Чурсова Л.В., Лукина Н.Ф., Куцевич К.Е., Рубцова Е.В., Петрова А.П. Исследование эпоксидно-полисульфоновых полимерных систем как основы высокопрочных клеев авиационного назначения // *Клеи. Герметики. Технологии*. 2017. №3. С. 7–12.
7. Постнова М.В., Постнов В.И. Опыт развития безавтоклавных методов формирования ПКМ // *Труды ВИАМ*. 2014. №4. Ст. 06. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-4-6-6.
8. Michelsa J., Widmann R., Czaderski C., Allahvirdizadeh R., Motavalli M. Glass transition evaluation of commercially available epoxy resins used for civil engineering applications // *Composites. Part B: Engineering*. 2015. Vol. 77. P. 484–493. DOI: 10.1016/j.compositesb.2015.03.053.
9. *Resin Transfer Moulding for Aerospace Structures* / ed. T.M. Kruckenberg, R. Paton. London: Cluwer Academic Publishers, 1998. 522 p.
10. Campbell F.C. *Structural Composite Materials*. Ohio: ASM International, 2010. 500 p.
11. Maguire J.M., Nayak K., Brádaigh C.M.Ó. Novel epoxy powder for manufacturing thick-section composite parts under vacuum-bag-only conditions. Part II. Experimental validation and process investigations // *Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2020. Vol. 136. P. 1–13. DOI: 10.1016/j.compositesa.2020.105970.
12. Arulappan C., Duraisamy A., Adhikari D., Gururaja S. Investigations on pressure and thickness profiles in carbon fiber-reinforced polymers during vacuum assisted resin transfer molding // *Journal of Reinforced Plastics and Composites*. 2015. Vol. 34. Is. 1. P. 3–18.
13. Garschke C., Weimer C., Parlevliet P.P., Fox B.L. Out-of-autoclave cure cycle study of a resin film infusion process using in situ process monitoring // *Composites. Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2012. Vol. 43. Is. 6. P. 935–944. DOI: 10.1016/j.compositesa.2012.01.003.
14. Harshe R. A review on advanced out-of-autoclave composites processing (review) // *Journal of the Indian Institute of Science*. 2015. Vol. 95. Is. 3. P. 207–220.
15. Григорьев М.М., Хрульков А.В., Гуревич Я.М., Панина Н.Н. Изготовление стеклопластиковых обшивок методом вакуумной инфузии с использованием эпоксиангидридного связующего и полупроницаемой мембраны // *Труды ВИАМ*. 2014. №2. Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-2-4-4.
16. Жаринов М.А., Шимкин А.А., Ахмадиева К.Р., Зеленина И.В. Особенности и свойства расплавного полиимидного связующего полимеризационного типа // *Труды ВИАМ*. 2018. №12 (72). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-12-46-53.
17. Мухаметов Р.Р., Ахмадиева К.Р., Соловьева Н.А., Гуляев А.И. Повышение водостойкости бисмалеимидного связующего // *Труды ВИАМ*. 2017. №5 (53). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.01.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-8-8.

18. Валуева М.И., Зеленина И.В., Жаринов М.А., Ахмадиева К.Р. Мировой рынок высокотемпературных полиимидных углепластиков (обзор) // Труды ВИАМ. 2019. №12 (84). Ст. 08. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-67-79.
19. Донецкий К.И., Караваев Р.Ю., Раскутин А.Е., Панина Н.Н. Свойства угле- и стеклопластиков на основе плетеных преформ // Авиационные материалы и технологии. 2016. №4 (45). С. 54–59. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-4-54-59.
20. Тимошков П.Н., Платонов А.А., Хрульков А.В. Пропитка пленочным связующим (RFI) как перспективная безавтоклавная технология получения изделий из ПКМ // Труды ВИАМ. 2015. №5. Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-5-9-9.
21. Григорьев М.М., Коган Д.И., Твердая О.Н., Панина Н.Н. Особенности изготовления ПКМ методом RFI // Труды ВИАМ. 2013. №4. Ст. 03. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.08.2020).
22. 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). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-31-39.
23. Донецкий К.И., Караваев Р.Ю., Раскутин А.Е., Дун В.А. Углепластик на основе объемно-армирующей триаксиальной плетеной преформы // Труды ВИАМ. 2019. №1 (73). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-1-55-63.
24. Савин С.П. Применение современных полимерных композиционных материалов в конструкции планера самолетов семейства МС-21 // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2012. Т. 14. №4 (2). С. 686–693.
25. Чурсова Л.В., Панина Н.Н., Гребенева Т.А., Терехов И.В., Донецкий К.И. Термореактивные связующие и полимерные биндеры для полимерных композиционных материалов, получаемых методом вакуумной инфузии (обзор) // Пластические массы. 2018. №1–2. С. 57–64.
26. Ткачук А.И., Терехов И.В., Гуревич Я.М., Кудрявцева А.Н. Применение бисмалеимидного связующего марки ВСТ-57 для получения теплостойких размеростабильных оснасток из полимерных композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2020. №2 (59). С. 32–40. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-32-40.
27. Вешкин Е.А., Постнов В.И., Семенычев В.В. Оценка связующего ВСТ-1210 различными режимами отверждения методами склерометрии // Труды ВИАМ. 2017. №8 (56). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-8-9-9.
28. Мухаметов Р.Р., Ахмадиева К.Р., Ким М.А., Бабин А.Н. Расплавные связующие для перспективных методов изготовления ПКМ нового поколения // Авиационные материалы и технологии. 2012. №S. С. 260–265.
29. Прохорова Е.В., Мухаметов Р.Р. Модификация триазиновых композиций // Труды ВИАМ. 2013. №9. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 27.11.2019).

УДК 677.014

В.Г. Бабашов¹, Е.В. Степанова¹, А.М. Зимичев¹, О.В. Басаргин¹

ОКСИДНЫЕ НЕПРЕРЫВНЫЕ ВОЛОКНА КАК КОМПОНЕНТ ГИБКОЙ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ИЗОЛЯЦИИ

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-34-43

Работа посвящена получению гибких непрерывных керамических волокон на основе тугоплавких оксидов алюминия и кремния по золь-гель методу. Исследованы процессы перехода водорастворимых компонентов раствора прекурсоров в оксидную форму при первичном обжиге гелированных волокон. Проведены исследования структурных и фазовых превращений в волокнах при высокотемпературном нагреве. Показана последовательность фазовых переходов от аморфного состояния до кристаллической стабильной фазы α -Al₂O₃. Исследована зависимость механических свойств образцов оксидных волокон от температуры обжига. Определены условия получения гибких волокон для текстильной переработки в трещено-крученые термостойкие нити. Изготовлена партия нитей с дополнительным введением органических нитей для защиты оксидных волокон. Показана возможность изготовления из оксидных волокон гибкой высокотемпературной изоляции в виде оплетки для уплотнительных шнуров и проводников тока.

Ключевые слова: непрерывные волокна, оксид алюминия, теплоизоляция, линейная плотность, прочность на разрыв, термостойкость.

V.G. Babachov¹, E.V. Stepanova¹, A.M. Zimichev¹, O.V. Basargin¹

OXIDE CONTINUOUS FIBERS AS A PART OF FLEXIBLE HIGH TEMPERATURE INSULATION

This work is devoted to the production of flexible continuous ceramic fibers based on refractory aluminum and silicon oxides using the Sol-gel method. The processes of transition of water-soluble components of the precursor solution to the oxide form during primary firing of gelled fibers are studied. Structural and phase transformations in fibers under high-temperature heating are examined. The sequence of phase transitions from the amorphous state to the crystal stable phase of α -Al₂O₃ is shown. The dependence of the mechanical properties of oxide fiber samples on the firing temperature is studied. The conditions for obtaining flexible fibers for textile processing into thrown-twisted heat-resistant yarns are determined. A batch of yarns has been made with additional introduction of organic yarns to protect oxide fibers. The article shows the possibility of manufacturing flexible high-temperature insulation from oxide fibers in the form of a braid for sealing cords and current conductors.

Keywords: continuous fibers, alumina, heat insulation, linear density, tensile strength, heat resistance.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

С развитием производства современных материалов, требующих высоких температур для нагрева при выплавке и термообработке, возрастают требования к качеству теплоизоляционных материалов в связи с необходимостью длительной стойкости при высоких температурах. Теплоизоляционные материалы должны обладать низкой

теплопроводностью с целью уменьшения потерь тепла в зоне работы персонала и обеспечивать экономию энергоносителей при работе термического оборудования. Вместе с тем развитие техники требует применения материалов, надежно работающих при нагреве в условиях воздействия агрессивных газовых сред, излучений и высоких давлений [1–3]. В настоящее время ведутся интенсивные исследования по разработке теплоизоляционных материалов на основе тугоплавких оксидов: Al_2O_3 , ZrO_2 , SiO_2 . По химической стойкости оксиды намного превосходят бескислородные материалы, такие как углеродные или на основе карбида кремния, которые интенсивно окисляются при нагреве [4].

Для высокотемпературного применения в настоящее время востребованы непрерывные волокна на основе оксида алюминия и кремния, как в качестве высокотемпературной теплоизоляции, так и в качестве армирующих компонентов композиционных материалов [5, 6]. Теплоизоляционные материалы на основе оксидных волокон особенно востребованы для авиакосмического применения, поскольку на их основе возможно достигнуть сочетания таких свойств, как высокая термостойкость, химическая инертность и малая плотность.

Особый интерес вызывают гибкие теплоизоляционные материалы для теплозащиты конструктивных элементов сложной геометрической формы. На основе оксидных волокон возможно изготовление гибких высокотемпературных уплотнительных теплоизоляционных материалов, работающих при температурах >1500 °С, таких как маты и уплотнительные шнуры [7]. Используемые в настоящее время непрерывные тугоплавкие оксидные волокна для высокотемпературного применения содержат в своем составе основную долю оксида алюминия в количестве от 60 до 99% в сочетании с другими оксидами – чаще всего оксидом кремния, муллитом, оксидом циркония [8].

Основной проблемой при переработке оксидных керамических волокон в теплозащитные изделия, такие как теплоизоляционные маты, ткани и уплотнительные шнуры, является их природная хрупкость [9, 10]. Оксидные волокна, как и другие керамические материалы, имеют крайне низкие значения пластичности. В связи с этим при изгибе на поверхности керамического материала растягивающие напряжения превышают предел прочности и материал разрушается. Известно, что гибкость волокна обратно пропорциональна его диаметру, поэтому предпочтительно получение волокна с малым диаметром для повышения его гибкости, что необходимо для обеспечения его дальнейшей переработки в текстильные изделия.

Получение волокон вытяжкой из расплавов оксидов алюминия с температурой плавления ~ 2000 °С технологически трудно осуществить, поэтому для получения непрерывных волокон из оксида алюминия все известные изготовители волокна использовали золь-гель технологию [11–15], которая обеспечивает получение материала требуемого состава и заключается в приготовлении золя на основе водных растворов прекурсоров тугоплавких оксидов. В раствор прекурсоров добавляют различные органические полимеры для придания ему волокнообразующих свойств. После упаривания раствор превращается в высоковязкий прядомый гель. Затем проводят формование непрерывных волокон путем экструзии формовочного раствора через фильеры. В процессе формования волокон по так называемому «сухому способу» экструдированные волокна высушиваются горячим воздухом. Полученные таким образом волокна на заключительном этапе нагревают в камерной печи. При обжиге волокна освобождаются от органических составляющих и летучих компонентов, а прекурсоры преобразуются в оксидную форму [16].

При изготовлении теплоизоляционных изделий, таких как термостойкие нити, уплотнительные шнуры и ткани, оксидные волокна зачастую не выдерживают

знакопеременных нагрузок при перематке, крутке и прохождении по направляющим текстильного оборудования. Поэтому перед изготовителями оксидного непрерывного волокна остро стоит проблема поиска технических решений его текстильной переработки.

Таким образом, при производстве высокотемпературной изоляции для узлов и агрегатов возникают задачи не только получения высокотемпературных волокон, но и изготовления из них теплозащитных изделий.

Цель данной работы – определение возможности применения материала из непрерывных волокон тугоплавких оксидов для изготовления гибкой уплотнительной изоляции для устройств, работающих в агрессивной газовой среде и выдерживающих длительный нагрев при высокой температуре.

Материалы и методы

В работе получали гибкие непрерывные волокна толщиной не более 10–12 мкм из оксидов алюминия и кремния из растворов с содержанием основного компонента оксида алюминия в количестве не менее 80%. Вязкость растворов определяли на реометре. Диаметр волокна исследовали на оптическом микроскопе Olympus BX51 при увеличении $\times 20$. Термогравиметрические и калориметрические испытания образцов при непрерывном нагреве проводили на приборе Setaram. Прочность нити на разрыв определяли на разрывной машине «Инстрон» с базой испытания 25 мм при скорости нагружения 2 мм/мин. Фазовый состав материалов определяли на рентгеновском дифрактометре ДРОН-2. Для идентификации фаз полученные дифрактограммы сопоставляли с данными таблиц PDF2. Съемку образцов проводили при $\text{Cu K}\alpha$ -излучении в интервале углов 2θ от 20 до 70 градусов по точкам с шагом 0,05 градуса и экспозицией в каждой точке 2 с. Сканирующую электронную микроскопию осуществляли на электронном микроскопе Hitachi S-405A при ускоряющем напряжении 25 кВ.

Результаты и обсуждение

Для получения многофиламентной нити волокнообразующий раствор экструдировали через фильеру с 80 капиллярами с диаметром капилляров 0,4 мм (рис. 1).



Рис. 1. Экструдирование через фильеру формовочного раствора прекурсоров для получения оксидных волокон

Формирование нити осуществляли сухим способом. Удаление растворителя из волокна после его экструзии осуществляли встречным потоком сухого горячего воздуха [16–18]. Одновременно с сушкой проводили вытяжку волокна с помощью вращающихся приемных барабанов (рис. 2).

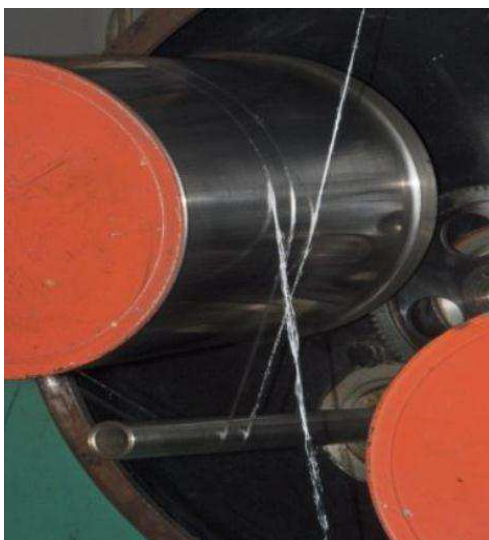


Рис. 2. Вытягивание волокна на приемном барабане

Регулирование скорости вращения барабана от 30 до 150 м/мин позволяло изменять степень вытяжки волокна. Вытяжка еще не высушенного волокна после экструзии из фильеры позволяла уменьшать его диаметр.

При вращении вытяжных барабанов измеряли линейную скорость на их поверхности и получали средние значения диаметра волокна при постоянном давлении экструзии:

Скорость вращения барабана, м/мин	20	40	80	100	150
Средний диаметр волокна, мкм	12,2	8,6	7,6	7	6

Видно, что диаметр формируемого волокна постепенно уменьшался с увеличением скорости вращения барабана. Уменьшение диаметра волокна происходит до определенного предела, после которого волокно не выдерживает натяжения и обрывается.

В процессе формования наблюдается зависимость диаметра волокна от исходной вязкости формовочного раствора при постоянной линейной скорости вытяжки:

Вязкость исходного раствора, Па·с	120	90	80	70
Средний диаметр волокна, мкм	23	16	12	8

Для высоковязких растворов характерна тенденция получения более толстых волокон.

Методами сканирующей электронной микроскопии исследованы размеры и качество поверхности (рис. 3) полученных керамических волокон. Для изготовления гибкого теплоизоляционного материала регулированием скорости вытяжки обеспечивали получение первичной нити, состоящей из волокон, средний диаметр которых не превышал 10 мкм.

Проведены исследования фазовых переходов и определение тепловых эффектов при воздействии температуры на непрерывные оксидные волокна, полученные в результате экструзии, с целью определения оптимальной температуры термообработки волокон. На рис. 4 показаны гравиметрическая и калориметрическая кривые при нагреве образца с комнатной температуры до 1300 °С. Термогравиметрическая кривая (ТГ) показывает изменение массы образца при нагреве, кривая дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) – тепловые эффекты, происходящие в образце при его нагревании.



Рис. 3. Размеры и качество поверхности непрерывных волокон

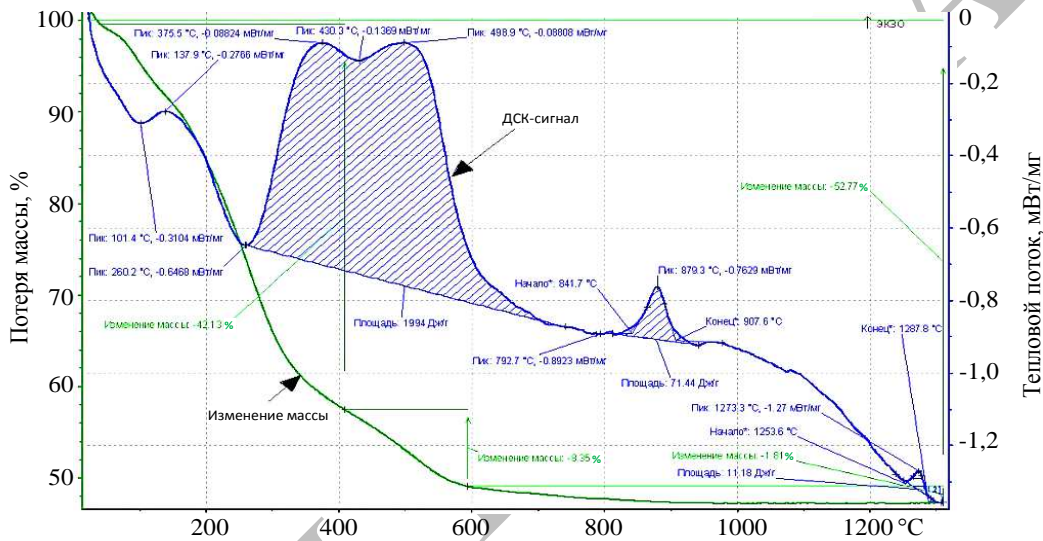
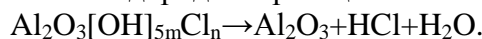


Рис. 4. Термические процессы при нагреве со скоростью 5 К/мин на воздухе волокна на основе оксида алюминия

Анализ ТГ- и ДСК-диаграмм, полученных при непрерывном нагреве образцов волокна после экструзии, показывает, что потеря массы волокон до 40% происходит в интервале температур 50–650 °С. Уменьшение массы образцов в интервале температур 50–150 °С можно объяснить продолжением удаления остаточной воды из волокна, так как процесс сопровождается поглощением тепла. В ходе дальнейшего повышения температуры до 600 °С продолжается снижение массы образцов вследствие процесса выгорания органической составляющей волокна, которая внесена в качестве волокнообразующего компонента в состав формовочного раствора поливиниловым спиртом. После нагрева более температуры 700 °С масса волокна практически не изменяется, что свидетельствует о полном удалении летучих веществ и переходе волокна в оксидную форму с выделением хлористого водорода по реакции



Выделение тепла с пиком около температуры 850 °С свидетельствует о переходе оксидов из аморфного состояния в кристаллическое. Калориметрическая кривая показывает еще два экзотермических пика, которые не сопровождаются изменением массы образца. Вероятно, они соответствуют перестройке внутренней структуры образцов при нагреве.

Исследования изменения фазового состава, структуры и свойств полученных волокон проводили после обжига, при котором происходит переход материала в оксидную форму [19, 20]. Обжиг образцов проводили в открытой печи при контролируемой скорости нагрева. Для исследования выбраны температурные интервалы обжига, которым соответствуют пики на кривой ДСК. Проведен рентгенофазовый анализ образцов, полученных после обжига.

На рис. 5 приведены результаты рентгенограммы съемки образцов при $\text{Cu K}\alpha$ -излучении в интервале углов 2θ от 15 до 70 градусов. После обжига при 800 °С на рентгенограмме отсутствуют пики интенсивности отраженного излучения, что свидетельствует об аморфной структуре волокна.

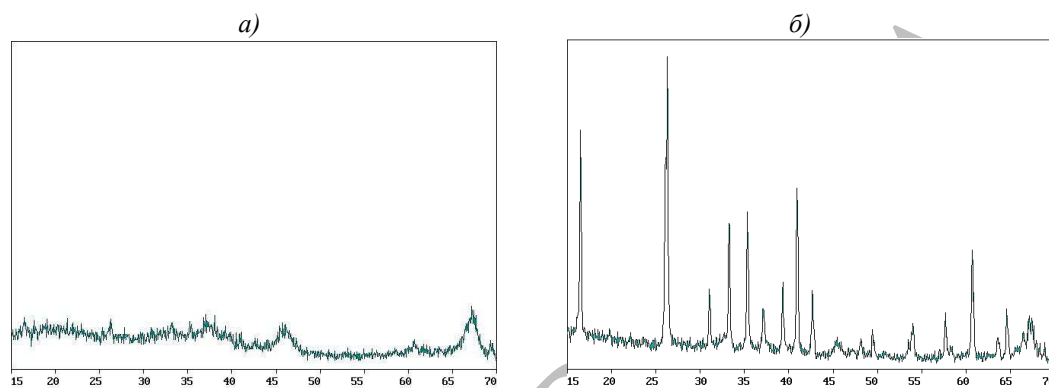


Рис. 5. Рентгенограммы образцов после обжига при температурах 800 (а) и 1200 °С (б)

При температурах от 800 до 900 °С происходит переход оксидов алюминия в кристаллическую форму, сопровождаемый выделением тепла. Рентгенофазовым анализом установлено, что при нагреве с увеличением температуры происходят следующие превращения оксида алюминия последовательно в η -фазу, затем в δ -, Θ -фазы и наиболее стабильную фазу $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. При температуре 1200 °С происходит реакция оксида алюминия с оксидом кремния с образованием муллита: $\text{SiO}_{2\text{ТВ}} + \text{Al}_2\text{O}_{3\text{ТВ}} \rightarrow 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$. Экзотермический эффект на кривой ДСК при температуре 1250 °С может быть обусловлен перестройкой структуры, при которой происходит собирательная кристаллизация зерен муллита. При исследованиях непрерывных волокон методом оптической микроскопии в поляризованном свете установлено, что в процессе термообработки при температуре 1300 °С в структуре волокон наблюдается рост зерен – размер зерна становится соизмеримым с диаметром волокна (рис. 6).

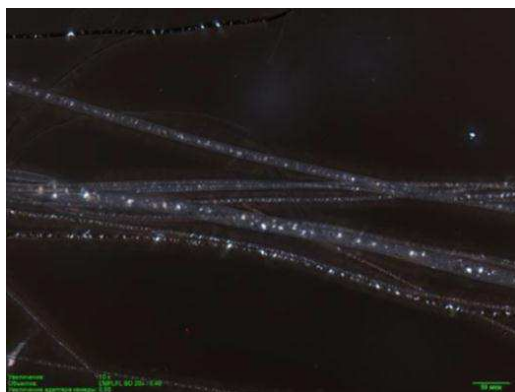


Рис. 6. Структура волокна после обжига при температуре 1300 °С (наблюдение в поляризованном свете)

Рост зерен в структуре первичных нитей в процессе термообработки влияет на их физико-механические свойства. Проведены исследования влияния режима обжига на разрывную нагрузку нити. Для испытаний разрывной нагрузки изготовлены образцы в виде первичной нити, получаемой после многократного параллельного сложения волокна. Нагрев образцов проводили с постоянной скоростью 100 °С/ч с выдержкой при температурах 700, 900 и 1280 °С в течение 1 ч. В таблице приведены средние значения результатов испытаний.

Свойства образцов первичной нити после обжига

Температура обжига, °С	Разрывная нагрузка нити (испытания при комнатной температуре), Н
700	10,2
900	14,42
1280	9,81

Испытания выявили, что при повышении температуры обжига с 700 до 900 °С происходит увеличение разрывной нагрузки нити, что, вероятно, связано с уменьшением аморфной фазы в волокне. При повышении температуры обжига с 900 до 1280 °С происходит значительный рост зерен и спекание оксидной керамики, что приводит к охрупчиванию и снижению разрывной нагрузки и прочности при изгибе первичных нитей. После обжига при 1280 °С хрупкое разрушение образцов наблюдали при изгибе радиусом <5 мм.

Таким образом, для изготовления гибких нитей, предназначенных для последующей переработки в текстильные изделия, целесообразно получать волокно с мелкозернистой кристаллической структурой, которая обычно формируется при обжиге в интервале температур от 850 до 1000 °С.

Для опробования текстильной переработки оксидных волокон в гибкие теплоизоляционные изделия изготовили партию волокна в виде первичной многофиламентной нити линейной плотностью 10 текс (рис. 7). Первичные нити обожжены при температуре 900 °С. При перемотке после обжига для повышения технологической прочности на нити наносили замасливатели для сплочения волокон в нити. В качестве замасливателя использовали два состава – спирто-канифольный замасливатель марки СКМ с функциями склеивания волокна после высыхания и замасливатель текстильный марки АВИБ-Б. После нанесения замасливателя первичная нить в обоих случаях стала более компактной, полностью отсутствовало распушение волокон.



Рис. 7. Паковки многофиламентной нити из волокон оксида алюминия

Испытания влияния замасливания на величину разрывной нагрузки нити из оксидных волокон приведены на рис. 8. Результаты показали, что замасливание повышает разрывную нагрузку от значений ~ 100 г до значений 450 и 650 г. Причем более высокое значение разрывной нагрузки после использования замасливателя СКМ можно отнести на счет более прочного склеивания волокон.

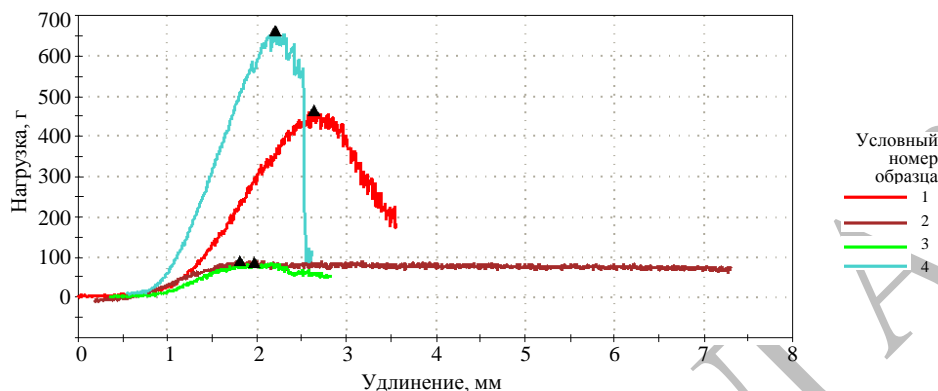


Рис. 8. Влияние замасливания на разрывную нагрузку нити из оксидных волокон для образцов без замасливателя (2, 3) и с замасливателями АВИБ-Б (1) и СКМ (4)

Анализ диаграмм растяжения также показывает, что удлинение при растяжении до обрыва нитей практически не отличается относительно исходной незамасленной нити. Это свидетельствует о том, что замасливатели не оказывают влияния на пластичность волокон и нити в целом. Испытания при изгибе показали, что образцы нити после замасливания склеивающим замасливателем СКМ выдерживают испытания только при большем радиусе изгиба (5 мм), по сравнению с 2 мм для замасливателя АВИБ-Б. Вероятно, это различие определяется хрупкостью спирто-канифольной смеси после высыхания.

После нанесения замасливателя первичные нити линейной плотностью 10 текс перерабатывали на тростильно-крутильном оборудовании в трощено-крученые нити плотностью 300 текс путем многократного сложения первичных нитей с последовательным кручением промежуточных стренг в противоположных направлениях.

Опробование плетения на шнуроплетельной машине даже при самых малых скоростях с минимальным натяжением показало, что несмотря на замасливание в нитях наблюдается значительное количество обрывов волокон в местах трения при прохождении по узлам машины.

Для решения проблемы обрывов волокон при текстильной переработке используют два технологических подхода:

- подбор состава более эффективного замасливателя;
- введение в состав дополнительных более прочных и гибких нитей при трощении и кручении [21].

В данной работе для защиты термостойкой нити из оксидных волокон от нагрузок к ней были добавлены вспомогательные органические полиэфирные нити. Причем часть из них располагали вдоль керамических волокон для защиты от растягивающей нагрузки, а другой частью обматывали обе нити снаружи для защиты от истирания при плетении. Впоследствии при необходимости вспомогательные полиэфирные нити могут быть легко удалены при низкотемпературном обжиге.

Полученную таким образом комплексную керамическую нить из непрерывного волокна на основе оксида алюминия, упрочненную вспомогательными нитями, использовали для получения плетеного шнура на промышленном шнуроплетельном станке.

На рис. 9 показан образец теплоизоляционного уплотнительного шнура с оплеткой из нитей на основе тугоплавких оксидов для применения при температуре >1200 °С.



Рис. 9. Образец гибкого уплотнительного шнура с оплеткой из термостойких оксидных нитей

Заключения

Необходимым требованием получения гибких непрерывных нитей из керамических волокон на основе тугоплавких оксидов алюминия и кремния является получение волокон средним диаметром не более 10 мкм.

Исследования процессов, проходящих при нагреве волокон, показало, что переход материала в оксидную форму завершается при температуре не менее 750 °С. При повышении температуры нагрева волокон происходит кристаллизация с последовательным образованием переходных фаз до образования стабильной фазы оксида $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. При последующем нагреве происходит реакция с оксидом кремния с образованием высокотемпературного муллита. Испытания механических свойств образцов волокна с аморфной структурой показали низкий уровень прочности. При переходе к кристаллической структуре разрывная нагрузка и гибкость волокон возрастают. Оптическими исследованиями показано, что чрезмерный нагрев >1200 °С приводит к росту зерна. Волокно со структурой, в которой размер зерен соизмеримым с его диаметром, имеет низкую прочность при растяжении, так как оно хрупкое при изгибе.

На основе полученных результатов проведен обжиг многофиламентных первичных нитей для текстильной переработки. Нанесение замасливателей позволило повысить разрывную нагрузку нитей благодаря уменьшению распушенности и получению более плотной нити. Опробование применения замасленных нитей для переработки показало их высокую обрывность. Введение в состав трощено-крученой нити вспомогательных нитей из органических волокон позволило создать защиту нитей из оксидных волокон от механического воздействия при переработке. С использованием вспомогательных нитей на шнуроплетельном оборудовании изготовлены образцы гибкой уплотнительной изоляции с внешней оплеткой из волокон тугоплавких оксидов.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. №2 (14). С. 16–21.
2. Доспехи для «Бурана». Материалы и технологии ВИАМ для МКС «Энергия–Буран» / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука и жизнь, 2013. 128 с.
3. Каблов Е.Н. Становление отечественного космического материаловедения // Вестник РФФИ. 2017. №3. С. 97–105.

4. Бучилин Н.В., Прагер Е.П., Ивахненко Ю.А. Влияние пластифицирующих добавок на реологические характеристики шликеров для получения пористых керамических материалов на основе оксида алюминия // Труды ВИАМ. 2016. №8 (44). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-8-6-6.
5. Волокна из оксидной керамики: пат. 2396388 Рос. Федерация; заявл. 10.02.10; опубл. 10.08.10.
6. Балинова Ю.А. Непрерывные поликристаллические волокна оксида алюминия для композиционных материалов: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М.: ВИАМ, 2012. 19 с.
7. Степанова Е.В., Зимичев А.М. Теплоизоляционный материал для шнуров из волокон тугоплавких оксидов // Труды ВИАМ. 2020. №2 (86). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-72-80.
8. Афанасов И.М., Лазорьяк Б.И. Высокотемпературные керамические волокна. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2010. 51 с.
9. Балинова Ю.А., Кириенко Т.А. Непрерывные высокотемпературные оксидные волокна для теплозащитных, теплоизоляционных и композиционных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. №4. С. 24–29.
10. Каблов Е.Н., Щетанов Б.В., Ивахненко Ю.А. Получение, структура и прочность волокон Al_2O_3 // Тр. Междунар. конф. «Теория и практика технологий производства изделий из композиционных материалов и новых металлических сплавов». М., 2003. С. 194–196.
11. Способ получения высокотемпературного волокна на основе оксида алюминия: пат. 2212388 Рос. Федерация; заявл. 19.11.01; опубл. 20.09.03.
12. Способ получения поликристаллических неорганических волокон: пат. 2170293 Рос. Федерация; заявл. 16.07.99; опубл. 10.07.01.
13. Methods of producing a ceramic matrix composite: pat. US7153379; filed 15.10.04; publ. 26.12.06.
14. Process for producing alumina fiber or alumina-silica fiber: pat. US4101615; filed 20.08.75; publ. 18.07.78.
15. Sizing composition especially for sizing glass fibers comprises a monomer mixture comprising an isocyanate, an alcohol and optionally an amine: pat. FR2839968; filed 22.05.02; publ. 28.11.03.
16. Зимичев А.М., Варрик Н.М., Сумин А.В. Исследование процесса экструзии непрерывных тугоплавких волокон // Труды ВИАМ. 2017. №1 (49). Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.06.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-1-6-6.
17. Пакшвер А.Б. Физико-химические основы технологии химических волокон. М.: Химия, 1972. С. 152–192.
18. Зябицкий А. Теоретические основы формования волокон. М.: Химия, 1979. С. 479–494.
19. Бучилин Н.В., Люлюкина Г.Ю., Варрик Н.М. Влияние режима обжига на структуру и свойства высокопористых керамических материалов на основе муллита // Труды ВИАМ. 2017. №5 (53). Ст. 04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 11.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-5-4-4.
20. Евтеев А.А. Некоторые аспекты разработки оптимальных режимов обжига керамических композиций, содержащих эвтектические добавки // Труды ВИАМ. 2016. №2 (38). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.09.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-12-12.
21. Зимичев А.М., Варрик Н.М., Сумин А.М. Нити из тугоплавких оксидов для уплотнительной теплоизоляции // Труды ВИАМ. 2015. №6. Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-6-5-5.

УДК 621.318.2

Д.В. Королев¹, В.П. Пискорский¹, Р.А. Валеев¹, М.М. Бакрадзе¹,
Е.В. Дворецкая², О.В. Коплак², Р.Б. Моргунов¹

ИНЖЕНЕРИЯ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МИКРОМАГНИТОВ RE–TM–B (обзор)

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-44-60

Дан аналитический обзор существующих технологий изготовления и применений редкоземельных магнитов группы RE–TM–B микронного размера (микрочастицы, микропровода, пленки). Рассмотрена специфика их магнитных свойств, которая возникает в микронном масштабе. Проведено аналитическое сравнение методов приготовления микромагнитов. Систематизированы возможные практические применения микромагнитов и их использование в разных областях современной техники. Обсуждаются возможные направления развития технологий для изготовления микромагнитов.

Ключевые слова: микромагниты, магнитная анизотропия, редкоземельные магниты, тонкие пленки, микропровода, магнитный гистерезис.

D.V. Korolev¹, V.P. Piskorskii¹, R.A. Valeev¹, M.M. Bakradze¹,
E.V. Dvoretzskaya², O.V. Koplak², R.B. Morgunov¹

RARE-EARTH RE–TM–B MICROMAGNETS ENGINEERING (review)

The paper gives an analytical review of existing technologies of production and application of micron-sized rare-earth magnets of the RE–TM–B group (microparticles, microwires, films). The specificity of their magnetic properties, which appears at the micron scale, is considered. The analytical comparison of the methods for preparing micromagnets has been carried out. Possible practical applications of micromagnets and their application in various fields of modern technology are systematized. Possible directions of development of micromagnetic technologies are discussed.

Keywords: micromagnets, magnetic anisotropy, rare-earth magnets, thin films, microwires, magnetic hysteresis.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки «Институт проблем химической физики» Российской академии наук [Federal State Budgetary Institution of Science «Institute of Problems of Chemical Physics» of Russian Academy of Sciences]; e-mail: office@icp.ac.ru

Введение

Типы микромагнитов, используемых в промышленности

Актуальность разработки магнитов микронного и субмикронного масштаба значительно возросла в последние годы в результате развития индустрии миниатюрных приборов. При этом выяснилось, что микропровода на основе переходных металлов (TM) типа FeCo, FeSiBCo, FeCoSi, Fe и др., коммерчески производимые в больших количествах, не всегда обладают необходимыми физическими и физико-химическими свойствами. Ферромагнитные микропровода давно и успешно используют в качестве датчиков магнитного поля, поскольку они проявляют эффект гигантского магнитного

импеданса [1–11]. Он заключается в значительном изменении толщины скин-слоя микропровода при его намагничивании в постоянном магнитном поле [1–3]. Для объяснения этого эффекта иногда привлекают представления о магнитострикции поверхностных слоев микропровода, которой обусловлено значительное изменение механических напряжений во внешнем магнитном поле (обратный эффект). Магнитострикцией объясняется также значительная чувствительность магнитного импеданса к механическим напряжениям и деформации микропроводов, что дает возможность создавать на их основе соответствующие датчики механических напряжений и деформации (рис. 1) [4–9]. В последние годы детально исследованы микропровода нового типа, которые получают методом экстракции из висящей капли расплава (ЭВКР) сплавов с редкоземельными металлами RE–TM–B [12, 13]. В научно-технической литературе имеются буквально единичные примеры таких микропроводов, хотя потребность в них очевидно более значительна, чем в микропроводах из сплавов TM [14, 15]. Главным преимуществом редкоземельных ферромагнитных микропроводов, по-видимому, является очень высокая остаточная намагниченность и возможность сохранять высокое поле размагничивания в объектах специальной формы без внешнего магнитного поля. Однако и магнитострикция, обеспечивающая упомянутое ранее применение, также оказывается на порядок выше в микропроводах на основе соединения NdFeB по сравнению со всеми упомянутыми микропроводами на основе переходных металлов [14, 15].

Спектр использования магнитных микропроводов с высокой остаточной намагниченностью достаточно широк (рис. 1). В дополнение к обычным областям применения микропроводов, которые всегда упоминаются в научно-технической литературе, в случае микропроводов из сплава RE–TM–B появляются еще две весьма широкие области применения, которые связаны именно с высокой остаточной намагниченностью редкоземельных сплавов, которой трудно добиться в микропроводах на основе переходных металлов TM. К ним относятся: сверхминиатюрные электродвигатели, в которых магнито жесткие микропровода служат элементами статора; микропинцеты для биологического и медицинского применения, а также датчики магнитного поля, температуры, растяжения, механической нагрузки и др. [1–17]; микрохолодильники, основанные на высоком значении магнитной энтропии [18–23], которая выделяется/поглощается при перемагничивании микропроводов. Наконец, микропровода являются перспективным наполнителем для полимеров [24], обеспечивающим высокое поглощение электромагнитных волн и даже отрицательные значения показателя преломления, что обеспечивает микроволновую «прозрачность» для металлических объектов (метаматериалы).

Применимость микропроводов из сплавов RE–TM–B в перечисленных областях тесно связана с методами их изготовления (рис. 1). К основным методам получения микропроводов относятся практически такие же методы, которые применяются при получении пленочных структур:

- напыление микропровода на затравку;
- электроосаждение;
- экстракция из расплава различными способами (ЭВКР, Улитковского–Тэйлора и др.);
- затвердевание жидкого расплава, разогретого до сверхкритического состояния в порах профилированного материала (часто анодизированный оксид алюминия);
- фотолитография и электронная литография.

Применяется также множество модификаций и сочетаний методов, приведенных на рис. 1. Например, выращивание массивов микропроводов в упорядоченных геометрически структурированных порах возможно с помощью электроосаждения, а не только с применением жидкости в сверхкритическом состоянии. Таким образом, актуальность создания и исследования микропроводов на основе магнито жестких сплавов

RE–TM–В вызвана значительным расширением спектра их практического применения, обусловленного большей остаточной намагниченностью и магнитострикцией, чем в широко исследованных ранее микропроводах переходных металлов.

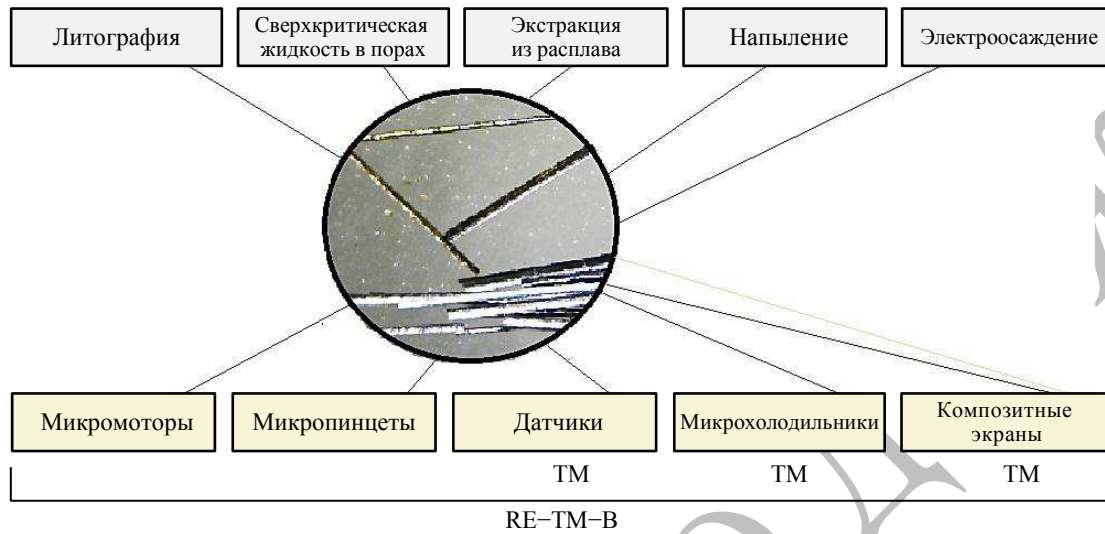


Рис. 1. Технологии изготовления и области применения микропроводов на основе сплавов RE–TM–В и TM (показаны области применения, перекрываемые этими сплавами)

Новизна исследований микроструктур на основе сплавов RE–TM–В обусловлена значительным отличием фазового состава, химических процессов и разнообразием магнитных фаз в редкоземельных сплавах по сравнению с более детерминированными материалами на основе Fe или Co. Известно, что в зависимости от режима охлаждения расплава (и метода приготовления микропроводов соответственно) в них может возникнуть множество фаз помимо основной магнитной фазы $Re_2TM_{14}B$. В основном все эти дополнительные фазы обладают худшими магнитными свойствами, однако в целом их наличие может увеличивать коэрцитивную силу микромагнита.

Достаточно упомянуть, например, необходимость межзеренной слабомагнитной фазы для блокировки движения доменных стенок в постоянных магнитах, чтобы продемонстрировать неоднозначность влияния слабомагнитных фаз на свойства магнитов. Процесс образования структурных и магнитных фаз, необходимость учета химических процессов их зарождения, сложный химический состав микропроводов, исследуемых в научных работах, позволяют относить задачу установления взаимосвязи «структура–магнитные свойства» в микропроводах к химической физике. Последующая закалка и/или отжиг сводят задачу формирования оптимального состава микропровода к определению энергии Гиббса многофазной системы, которая приходит к состоянию равновесия или может быть зафиксирована в неравновесном состоянии (аморфном или кристаллическом) с помощью быстрого охлаждения. В объемных магнитах процесс формирования оптимального фазового состава магнитов из сплава RE–TM–В считается решенным, хотя это и кажется спорным. Если рассматривать технологии, то они требуют создания не просто магнитов любой формы, а кольцевых и более сложных систем, в которых внутренние напряжения не должны приводить к разрушению. Эта задача, например, практически невыполнима для магнитов системы Sm–Co, имеющих положительную величину температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР), в то время как в магнитах системы РЗМ–ПМ–В эта проблема решается – величина ТКЛР отрицательная. Есть еще требования к температурной и временной

стабильности, а также важное требование по химической устойчивости поверхности магнита к агрессивной окружающей среде. Поэтому в целом химический и материаловедческий дизайн объемных магнитов не считается решенным вопросом. В микропроводах перечисленные проблемы формирования фаз, химических соединений, окисления, пластичности, прочности и температурной устойчивости даже не рассматриваются. Можно предположить, что, например, фазовое равновесие в микропроводе, где значительная роль принадлежит поверхностному слою, будет оптимизировано при другом фазовом составе даже при одинаковых концентрациях исходных химических элементов с объемным магнитом. Но наиболее существенных изменений можно ожидать при исследовании магнитной структуры микропроводов, поскольку их поперечный размер становится близок к размеру доменов. В этой ситуации условие минимума магнитостатической энергии ожидается иным, чем в макромагнитах из-за значительно большей магнитной анизотропии объемного материала, чем в микропроводах из сплавов ТМ. Магнитная анизотропия поверхностного слоя микропроводов, сформированных сверхбыстрым охлаждением и сохраняющих значительные внутренние напряжения, также будет сильно отличаться от объемных образцов. Эти закономерности формирования магнитных свойств микропроводов также почти не исследованы в системе сплава RE–TM–B, где имеются две подрешетки спинов, в отличие от микропроводов на основе переходных металлов. Таким образом, уже в микромасштабе можно ожидать существенного изменения всего комплекса физико-химических свойств многокомпонентных редкоземельных сплавов.

Микропровода из сплава RE–TM–B кажутся весьма привлекательными и с точки зрения фундаментальных проблем химической физики и материаловедения. Известно, что тетрагональная симметрия основной магнитной фазы, обеспечивающая снижение симметрии кристаллического поля лигандов по сравнению с кубической симметрией материала на основе соединения CoFeB, является основной причиной высокой магнитной анизотропии редкоземельных магнитов. В тетрагональном кристаллическом поле снимается вырождение спиновых уровней, и спин-орбитальное взаимодействие вместе с магнитной анизотропией значительно возрастают. Принято считать, что объемная магнитная анизотропия ферромагнетика в целом является фундаментальным свойством материала и складывается из одноионных анизотропий атомов кристаллической решетки. Присутствие ионов Pr^{3+} , Dy^{3+} и Co^{2+} создает значительную суммарную анизотропию (а значит и коэрцитивную силу). Следовательно, задача оптимизации магнитной анизотропии в отдельных металлоорганических комплексах, приводящая к созданию одномолекулярных магнитов, является точно такой же задачей и для оптимизации свойств редкоземельных магнитов. При этом в объемных магнетиках имеются только химические пути оптимизации магнитной анизотропии. В микропроводах полная магнитная анизотропия включает анизотропию различных межфазных интерфейсов, поверхностную анизотропию, магнитоупругую анизотропию, связанную с наличием магнитострикции, и, конечно, на первый план начинает выходить анизотропия формы, которая часто бывает в микрообъектах сравнима с объемной анизотропией по величине. Это дает возможность для значительно более глубокого регулирования намагниченности в микропроводах, чем в объемных образцах. Наконец, высокая остаточная намагниченность микропроводов позволяет решить еще одну фундаментальную проблему, связанную с формированием композитов на основе микропроводов из сплава RE–TM–B и порошков мономолекулярных магнитов, требующих внешнего магнитного поля для возникновения внутримолекулярных переходов. Решение проблемы локального внешнего поля, которое должно быть заданным для разных групп комплексов для хранения в них

информации, может быть достигнуто получением композитной смеси микропорошка с массивом микропроводов с известным по величине средним полем рассеяния.

Цель данных исследований заключается в разработке воспроизводимой технологии создания микромагнитов (микропроводов и микрошариков из сплава RE–TM–B), позволяющей регулировать фазовый, химический и магнитный фазовый состав, а также в установлении комплекса магнитных свойств микропроводов (магнитной анизотропии разных типов, обменного взаимодействия, оптимальной магнитостатической энергии и доменной структуры), отличающих их от объемных магнитомягких магнитов.

Поставлены и решены следующие задачи:

- получение микропроводов из расплава, охлаждаемого с регулируемой (в том числе сверхбыстрой) скоростью охлаждения, позволяющей добиваться различных соотношений аморфной и кристаллической фаз микропроводов;
- установление закономерностей формирования формы проводов; морфологический, химический, структурный и фазовый анализ поверхности и объемной части микропроводов при разных условиях их формирования;
- исследование интегральных магнитных свойств микропровода – магнитной анизотропии, коэрцитивной силы, намагниченности насыщения, ориентационной зависимости намагниченности во внешнем магнитном поле;
- исследование локальных магнитных характеристик и доменной структуры микропроводов магнитооптическими методами, позволяющими различать особенности объемной и поверхностной магнитной структуры; установление доменной структуры и ее зависимости от технологии приготовления микропроводов, внешнего магнитного поля и морфологии микропроводов;
- разработка технологии создания субмикронного наконечника микропровода, фокусирующего поле размагничивания и позволяющего добиться высокого значения локального градиента магнитного поля, достаточного для манипуляций магнитомечеными биологическими объектами (клетками);
- развитие технологий изготовления микроплатформ для фокусировки локального магнитного поля в заданных позициях магнитной схмотехники, обеспечивающей адресное обращение к группам комплексов мономолекулярных магнитов;
- развитие техники магнитной модуляции микропроводов с помощью периодических механических дефектов поверхностного слоя микропровода. Получение магнитомодулированного микропровода для использования в качестве ротора в линейных микроэлектродвигателях.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 11.1. «Термостабильные магнитотвердые материалы и математические модели расчета их температурных характеристик для навигационных приборов нового поколения» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [25].

Технологический запрос на микроструктуры сплава RE–TM–B

В данном разделе рассмотрены области применения ферромагнитных редкоземельных микромагнитов в биологии и медицине, микроробототехнике, сенсорной индустрии, в манипуляциях биологическими объектами и в медицине, а также при создании композиционных материалов с уникальными высокочастотными характеристиками пропускания и отражения электромагнитных волн. В научно-технической литературе имеется множество сообщений о создании сенсоров и таких композиционных материалов. Хотя редкоземельные микромагниты в этих областях применения превышают по

свойствам те, которые были созданы на основе переходных металлов, однако принципиально новых физических эффектов они не создают. Поэтому далее приведены ожидаемые новые области применения, в которых лишь редкоземельные магниты способны обеспечить необходимые эксплуатационные свойства изделий.

Одним из впечатляющих направлений последних лет является развитие микро- и нанотехнологий на стыке медицины и физики магнетизма. Это сочетание на первый взгляд кажется неожиданным, поскольку биологические объекты обычно не проявляют сколько-нибудь существенных магнитных свойств. Однако в настоящее время значительная часть физики магнетизма входит в медицинские и биологические задачи настолько плотно, что с ее помощью удалось добиться настолько грандиозных результатов исследований, что это направление нельзя не учитывать. К этому направлению можно отнести гипертермию – технологию разогрева магнитных наночастиц переменным магнитным полем, доставленных к нужному органу с помощью силового действия градиента постоянного магнитного поля. Этот метод позволяет избирательно «прижигать» нужные фрагменты тканей, что безусловно является передовым краем борьбы с раковыми заболеваниями. Другое направление магнитных биологических задач связано с развитием методов разделения клеток. Селективное добавление ферромагнитных наночастиц в нужные типы клеток делает возможным «растаскивание» в магнитном поле трудно различимых биологических объектов. В качестве примера можно привести стволовые клетки желудочной ткани LGR5, раковые типы которых LGR5+ легко соединяются силами Ван-дер-Ваальса с функционализированными наночастицами, поверхность которых покрыта химическими группами, легко прикрепляющимися к избранным клеткам. Главным условием успеха в этой методике является высокое значение остаточной намагниченности наночастиц, которое необходимо для оценки количества клеток, меченных наночастицами.

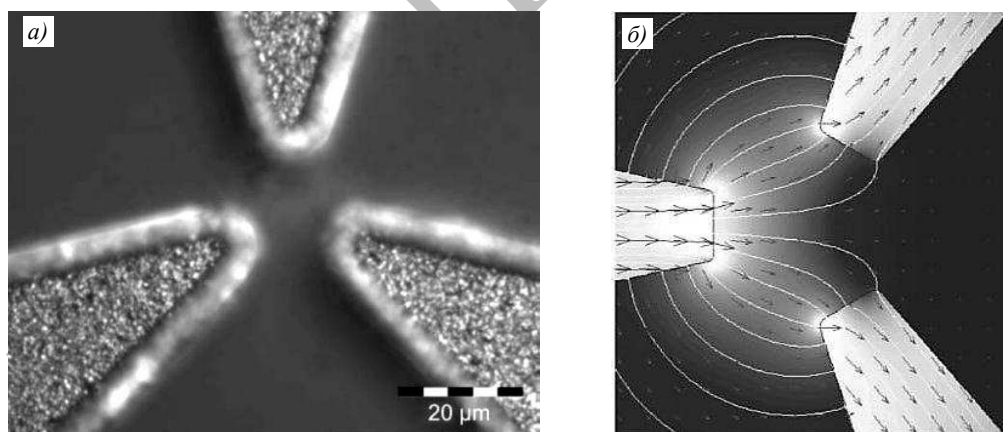


Рис. 2. Трехполюсный магнитный микропинцет для управления движением магнитомечеными клетками (а) и расчетное распределение магнитного поля в нем (б) [16]

Наконец, одним из главных направлений магнитной биомедицины является создание микроустройств для перемещения отдельных магнитомеченных клеток – микропинцетов и микроэлектродвигателей. Пример микропинцета приведен на рис. 2, где три наконечника ферромагнитного материала обеспечивают заданное магнитное поле, градиент которого достаточен для управления клетками, содержащими ферромагнитную наночастицу. Авторами данной статьи в экспериментах созданы заостренные микропровода. Величина магнитной силы, создаваемой ими даже на расстоянии 5 мкм (вполне достаточном для бесконтактного управления биологическими объектами),

достигает 2000 пН. Эта величина превышает магнитную силу всех известных микропинцетов, созданных на основе переходных металлов. Преимущество редкоземельных микропроводов при производстве микропинцетов заключается в том, что остаточная намагниченность значительно больше, а химический дизайн конца микропровода делает его значительно острее. Заметим, что химическое растворение и полировка микропровода значительно дешевле литографических методов, которые ранее использовались для решения задачи заострения конца микропинцета.

Еще одной областью применения, в которой микропровода занимают лидирующее положение, является создание микроэлектродвигателей [17]. Такие устройства востребованы в медицинских и биологических приложениях для локальной механической активации биохимических реакций, управления процессами сепарации клеток, создания условий вынужденной диффузии в микрообъемах и др. Создано множество разных модификаций микроэлектродвигателей. Однако наиболее технологичным устройством является профилированный микропровод, намагниченность которого периодически изменяется вдоль его длины. Создание таких микропроводов требует высокой точности и не всегда приводит к предсказуемому периодическому изменению намагниченности вдоль их длины. Микропровода, изготовленные при сверхбыстром охлаждении из расплава редкоземельного металла, покрыты аморфной пленкой, в которой сохраняются весьма высокие остаточные напряжения, определяющие знак и величину констант магнитной анизотропии. Поэтому существует простой путь использования таких микропроводов для получения магнитомодулированной линейной структуры. Механическое нанесение царапин на поверхность служит концентратором или стоком механических напряжений и способно управлять магнитной анизотропией в материалах с высоким значением константы магнитострикции.

Технологии создания микроструктур сплава RE–TM–B

В этом разделе кратко перечислены преимущества и недостатки различных методов создания микропроводов и их применимость к изготовлению редкоземельных линейных микромагнитов.

Напыление многослойных микропроводов

Магнетронное напыление является одним из надежных и совершенных методов создания микро- и наноструктур. В условиях высокого вакуума (до $\sim 133 \cdot 10^{-10}$ Па) получают весьма совершенные (иногда монокристаллические) тонкие пленки и другие нано- и микроструктуры. В том числе этот метод удачно использован в работе [14] для получения микропроводов на основе соединения NdFeB. При этом в качестве затравки использован микропровод из другого материала (рис. 3).

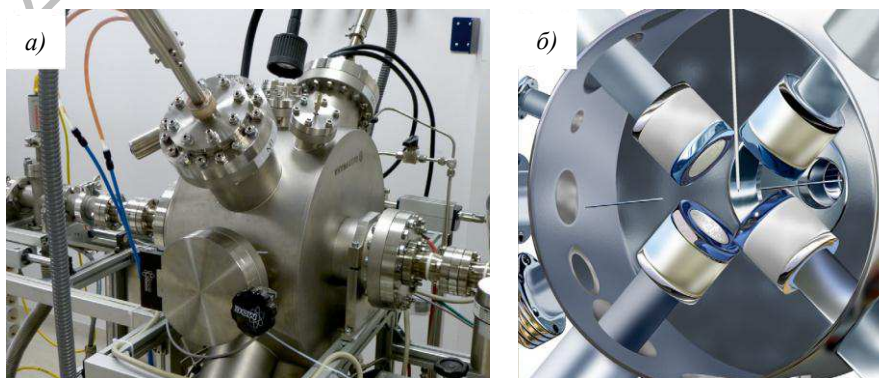


Рис. 3. Устройство для магнетронного напыления микропроводов [14]

Еще одно ограничение метода магнетронного напыления связано с тем, что ферромагнитный магнитомягкий материал обладает остаточной намагниченностью, которая нарушает газовую динамику при магнетронном распылении и препятствует равномерному нанесению слоев. Поэтому этот метод в основном используют для создания магнитомягких микро- и наномагнитов с малым значением остаточной намагниченности.

Экстрагирование микропроводов из расплава

Экстрагирование микропроводов из расплава является одним из популярных методов получения микропроводов. На рис. 4, а представлено типовое автоматизированное устройство, позволяющее охлаждать расплав на вращающемся охлаждаемом барабане, получая при этом относительно ровные и хорошо воспроизводимые микропровода (рис. 4, б, в) [19].

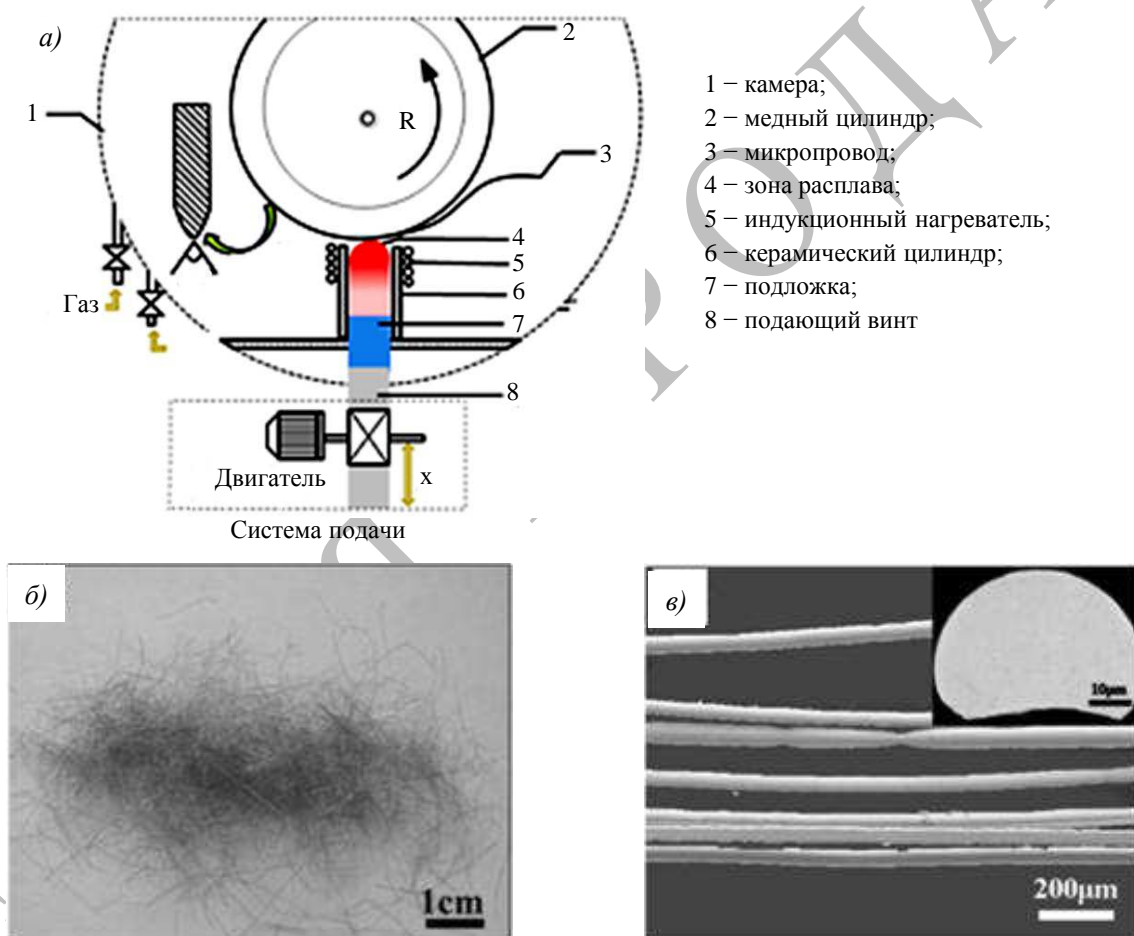


Рис. 4. Схема устройства для получения микропроводов из расплава (а), полученные микропровода (б), продольный и поперечный профили микропроводов (в) [19]

Похожее устройство использовано авторами данной статьи для получения микропроводов. Одной из разновидностей метода экстрагирования из расплава является метод Улитковского–Тейлора, который заключается в том, что разогретая капля расплава касается быстро вращающегося охлаждаемого барабана и затвердевает со скоростью до 10^6 К/с, что приводит к образованию аморфных металлических фаз в микропроводе.

Литографический дизайн микропроводов

Литографический метод получения микропроводов предполагает изготовление маски и последующее программируемое напыление ферромагнитного материала на подготовленную форму. Последующее удаление резиста оставляет совершенную структуру, которая с субмикронной точностью повторяет особенности, заданные маской в методе оптической литографии (рис. 5) [26].

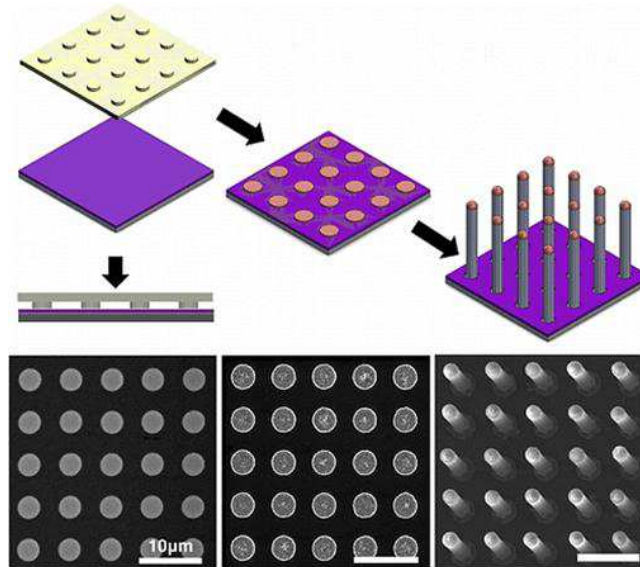


Рис. 5. Схема приготовления массива микропроводов из соединения Si/SiO₂ литографическим методом [26]

Литографический метод достаточно дорог и продолжителен по времени, однако преимуществом является совершенство полученных структур и возможность конструирования микродеталей сложной формы. Применительно к получению отдельных микропроводов этот метод кажется избыточным. Кроме того, он требует техники напыления материала (обычно магнетронного), которая приводит к описанным ранее затруднениям, связанным со спонтанным намагничиванием ферромагнетика.

Метод сверхкритической жидкости в порах тугоплавкой матрицы

Метод сверхкритической жидкости основан на разогреве расплава металла до состояния промежуточного между жидкостью и паром. Значения вязкости и поверхностного натяжения такого материала близки к нулю. Поэтому металл легко проникает в поры даже при их диаметре в несколько нанометров, затем охлаждается и затвердевает в порах. Поскольку имеется большой выбор коммерчески выпускаемых мембран с порами заданного диаметра, находящихся друг от друга на заданном расстоянии в определенном порядке, метод сверхкритической жидкости перспективен для создания упорядоченных массивов микро- и нанопроводов. Однако для получения отдельных микроволокон этот метод неудобен, потому что последующее отделение одной микропровода от всего массива оказывается затруднительным.

Электрохимические методы

Электрохимическое осаждение пленок и осаждение на микропровод как правило приводит к мозаичной зеренной структуре создаваемых объектов. Это уменьшает воспроизводимость и затрудняет интерпретацию магнитных свойств полученных

объектов. В частности, микропровода на основе Co и Fe успешно выращивали электрохимическим осаждением в матрице из анодированного оксида алюминия. Насколько известно авторам данной статьи, это не привело к успешной разработке приборов на основе таких массивов микропроводов. Еще одним недостатком электрохимического осаждения является необходимость использования затравочного микропровода. В результате полученный микромагнит всегда будет содержать ядро с иной структурой, чем та, которая получена при электроосаждении. Заметным препятствием к использованию техники электроосаждения является неустраняемая примесь, которая возникает в результате электрохимических реакций в подводящих проводах, а также очень длительное время, необходимое для получения поверхностной пленки даже микронной толщины. Электролитический раствор уменьшает устойчивость и воспроизводимость при многократных попытках изготовления микропроводов.

Физические свойства микромагнитов из сплава RE–TM–B

Магнитная модуляция

Оптимизация магнитостатической энергии ферромагнитных твердых тел происходит путем образования доменной структуры. В объемных ферромагнетиках особенности доменной структуры детально исследованы и поддаются теоретическому прогнозированию [26–29]. Отличие микромагнитных ферромагнетиков от объемных заключается в том, что типичная величина магнитного домена становится сравнимой с радиусом микропровода. В этих условиях и сама доменная структура значительно перестраивается и перестает быть похожей на предсказанную микромагнитной теорией для макроскопических магнитов. Одним из главных результатов уменьшения диаметра провода до микронных размеров является исчезновение структуры доменов неправильной формы и организация их в периодическую последовательность. Поскольку поверхностные домены весьма чувствительны к механическим внутренним напряжениям в микропроводе, магнитострикция делает весьма чувствительной доменную структуру к механическим дефектам. Такие дефекты в данной работе созданы алмазной пирамидкой на равных расстояниях друг от друга вдоль оси микропровода. Магнитная модуляция микропроводов важна, потому что микропровода с периодической структурой могут служить, например, для подвижного якоря микроэлектродвигателя. Будучи помещенным в микрокатушку, магнитомодулированный провод совершает возвратно-поступательное движение при пропускании через катушку переменного тока. На рис. 6 показаны изображения изготовленного авторами данной статьи магнитомодулированного микропровода на основе соединения PrDyFeCoB, полученные в режиме атомного силового (рис. 6, а) и магнитного силового микроскопов (рис. 6, б). Периодичность светлого и темного контраста означает наличие периодических вариаций магнитного поля, что схематично изображено на рис. 6, в [30]. Этот эффект возникает в связи с тем, что нанесенные царапины служат местами сброса внутренних напряжений, накопленных в аморфной оболочке микропровода при его сверхбыстром охлаждении. В результате периодическое уменьшение механических напряжений влечет за собой периодические вариации константы поверхностной магнитной анизотропии. Поэтому, хотя ядро микропровода намагничено вдоль его оси, поверхностная анизотропия ориентирует намагниченность перпендикулярно микропроводу. Причем период вариаций намагниченности микропровода совпадает с периодом нанесения микроцарапин на его поверхность.

Таким образом, представлена методика создания периодических вариаций внутренних напряжений в приповерхностном аморфном слое микропровода на основе соединения PrDyFeCoB, в котором периодические вариации внутренних напряжений

приводят к вариации локальной константы поверхностной магнитной анизотропии благодаря высокому значению магнитострикционной константы в сплавах RE-TM-B. Это вызывает модуляцию намагниченности вдоль микропровода и разбиение его на поверхностные домены с радиальной намагниченностью.

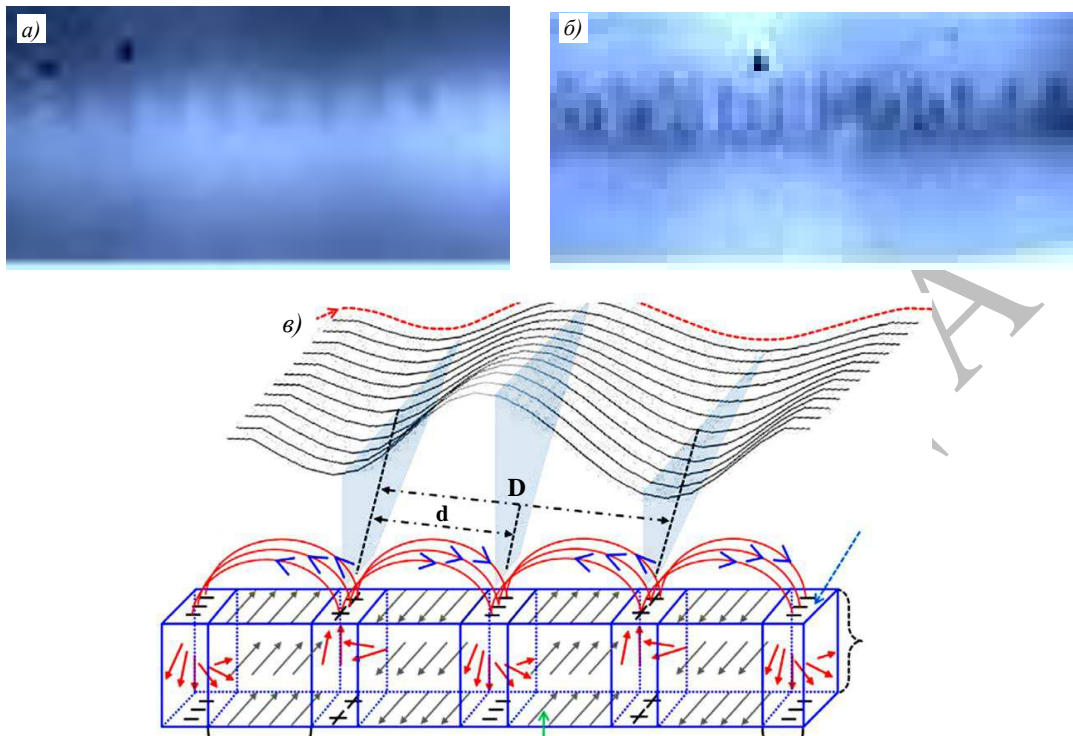


Рис. 6. Изображение периодической структуры микропровода на основе соединения PrDyFeCoB, полученное в режимах атомного силового (а) и магнитного силового микроскопов (б); схема магнитной структуры микропровода и полей рассеяния около его поверхности (в) [30]

Спиральная и радиальная доменная структура микропроводов

Спиральная и радиальная магнитная структура микропроводов на основе сплава TM обнаружена ранее многими исследователями [30–35]. На рис. 7 приведен пример спирального домена, навивающегося на микропровод, согласно работе [30].

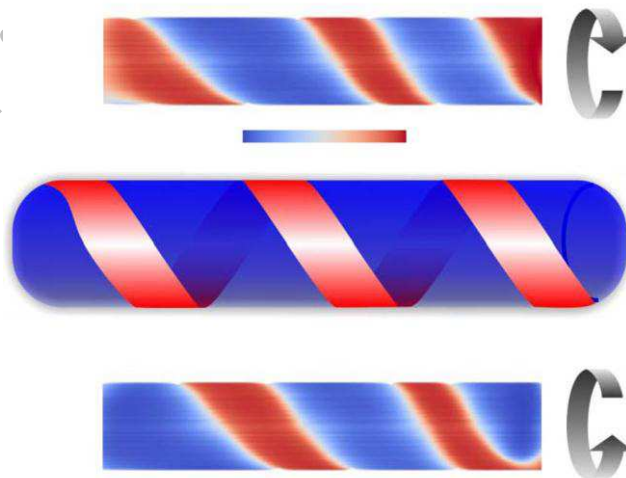


Рис. 7. Расчетное распределение намагниченности в микропроводе на основе соединения FeSi, демонстрирующем спиральную доменную структуру [30]

Показано чередование темных и светлых зон вдоль микропровода на основе соединения PrDyFeCoB – изображение получено с помощью индикаторных магнитооптических пленок для микропроводов различного диаметра в разном магнитном поле. В микропроводах на основе соединения PrDyFeCoB авторами данной статьи обнаружены периодические вариации намагниченности (рис. 8).

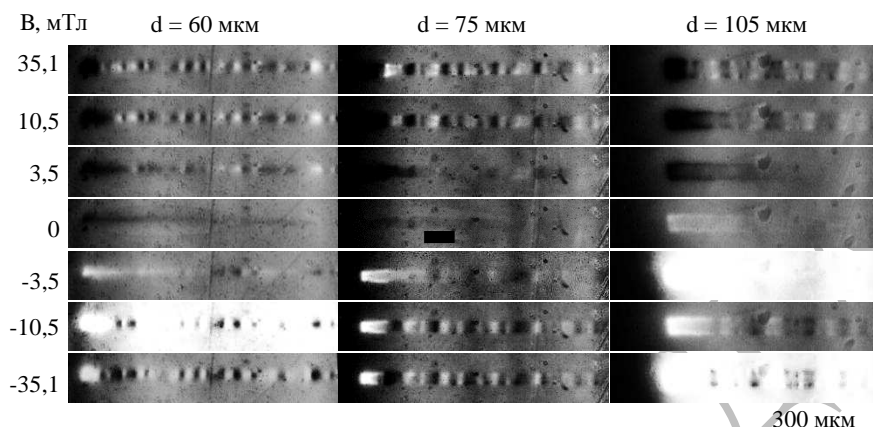


Рис. 8. Распределение перпендикулярной составляющей магнитного поля вблизи микропровода на основе соединения PrDyFeCoB во внешнем магнитном поле, показанном на шкале слева

Видно, что магнитная модуляция может возникать в микропроводах самопроизвольно при отсутствии механического нанесения царапин. В этом случае период магнитомодулированной структуры доменов определяется конкуренцией энергии Зеемана во внешнем поле, взаимодействием с продольно намагниченным ядром микропровода и магнитной анизотропией поверхностных слоев. Минимизация магнитостатической энергии микропровода реализуется путем разбиения его поверхности на радиальные домены. Неожиданным эффектом данного эксперимента является значительное уменьшение ширины доменов с ростом магнитного поля, приложенного вдоль оси микропровода. В объемных ферромагнетиках насыщающее магнитное поле практически полностью подавляет разбиение на домены, делая его энергетически невыгодным. В данном случае наблюдается противоположный эффект – в насыщающем магнитном поле количество доменов, напротив, растет. Это можно связать с тем обстоятельством, что в исследуемых микропроводах имеется ядро с продольной намагниченностью. Именно намагниченность ядра насыщается в продольных магнитных полях, но магнитооптическими методами наблюдается не намагниченность ядра, а намагниченность приповерхностных слоев с существенно иным уровнем внутренних напряжений. Поэтому необычная зависимость числа доменов от внешнего поля связана с обменно-связанным ядром, которое при насыщении отклоняет намагниченность приповерхностных слоев от перпендикулярного направления, заставляя систему поверхностных доменов увеличивать их количество для минимизации магнитостатической энергии.

Магнитокалорический эффект в микропроводах

Многokратное уменьшение магнитного момента микропровода при переходе из ферромагнитного в парамагнитное состояние сопровождается также наибольшим из возможных изменением энтропии, поскольку состояние полного порядка в ферромагнетике переходит в состояние полного беспорядка (рис. 9, а). Таким образом, магнитный фазовый переход «порядок–беспорядок» является причиной магнитокалорического эффекта, если магнитное поле способно влиять на температуру перехода.

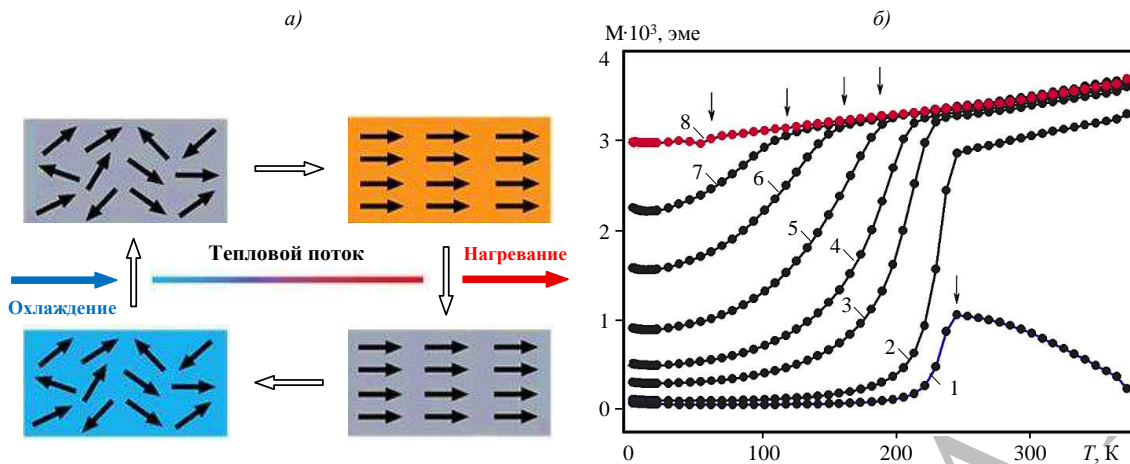


Рис. 9. Переходы «порядок–беспорядок» в спиновой системе и потоки тепла при помещении образца в магнитное поле (а) [18] и температурная зависимость магнитного момента (б) микропровода на основе соединения PrDyFeCoV в различных магнитных полях: 0 (1), 100 (2), 1000 (3), 3000 (4), 5000 (5), 7000 (6), 10000 (7) и 20000 Э (8)

В микропроводах на основе соединения PrDyFeCoV обнаружено резкое уменьшение магнитного момента при критических температурах, зависящих от величины магнитного поля, в котором находится микропровод (рис. 9, б). Значительное уменьшение магнитного момента при охлаждении (в десятки раз) превышает все самые оптимистичные результаты, полученные в аналогичных опытах с микропроводами на основе переходных металлов [19–21]. Это указывает на ожидаемую весьма высокую величину магнитокалорического эффекта в исследованных микропроводах. Причина этого заключается в том, что вместо парамагнитного состояния в микропроводах имеет место состояние Изинговского спинового стекла с полным разупорядочением направлений спинов. Переход «порядок–беспорядок» в этом случае описывается теорией Альмейды–Тулеса (Almeida–Thouless). К изменению конфигурационной энтропии в этом случае добавляется изменение величины обменного взаимодействия и энергии магнитной анизотропии. Сильная чувствительность температуры перехода Альмейды–Тулеса в проведенных опытах свидетельствует о том, что полученные микропровода перспективны для того, чтобы на их основе создать микрохолодильники, значительно понижающие температуру при изменении магнитного поля.

Перспективы развития редкоземельных микромагнитов

Инжиниринг микромагнитов можно охарактеризовать с помощью рис. 10, на котором показаны основные результаты дизайна микрошариков и микропроводов во ФГУП «ВИАМ».

Помимо улучшения качества сенсоров магнитного поля, композиционных материалов и микрохолодильников, изготовление которых возможно из переходных металлов, в данной работе добавлены новые функциональные свойства, специфичные для микропроводов на основе редкоземельных металлов:

- значительно увеличена сила микропинцетов, изготовленных из микропроводов на основе соединения PrDyFeCoV, как в результате модификации материала, так и путем разработки химического заострения конца микропровода (рис. 10);

- получены эффективные платформы и композиты на основе соединения PrDyFeCoV с мономолекулярными магнетиками, демонстрирующие программируемую внешним полем магнитную память, которая обеспечивает локальный подбор поля для группы

комплексов, остаточное стабильное поле рассеяния микромагнитов регулируемой величины, а также достаточно однородное распределение поля в композите для предсказуемого распределения частот максимумов спиновых переходов в комплексах;

– обнаружено фотолюминесцентное свечение в видимом диапазоне микропроводов под действием ультрафиолетового света с длиной волны 350 нм. Это открывает возможности для использования оптических маркеров на микромагните для медико-биологических исследований. Фотолюминесцентные маркеры микропровода являются удобным средством позиционирования магнитных микропроводов с модуляцией распределения поля вдоль длины;

– показано, что нанесение периодических канавок на поверхность микропровода алмазным резцом приводит к магнитной модуляции доменной структуры, которая становится периодической благодаря влиянию канавок на распределение механических напряжений в приповерхностных слоях микропроводов.

Вероятно, указанные на рис. 10 перспективные направления могут получить развитие при продолжении исследований микромагнитов.

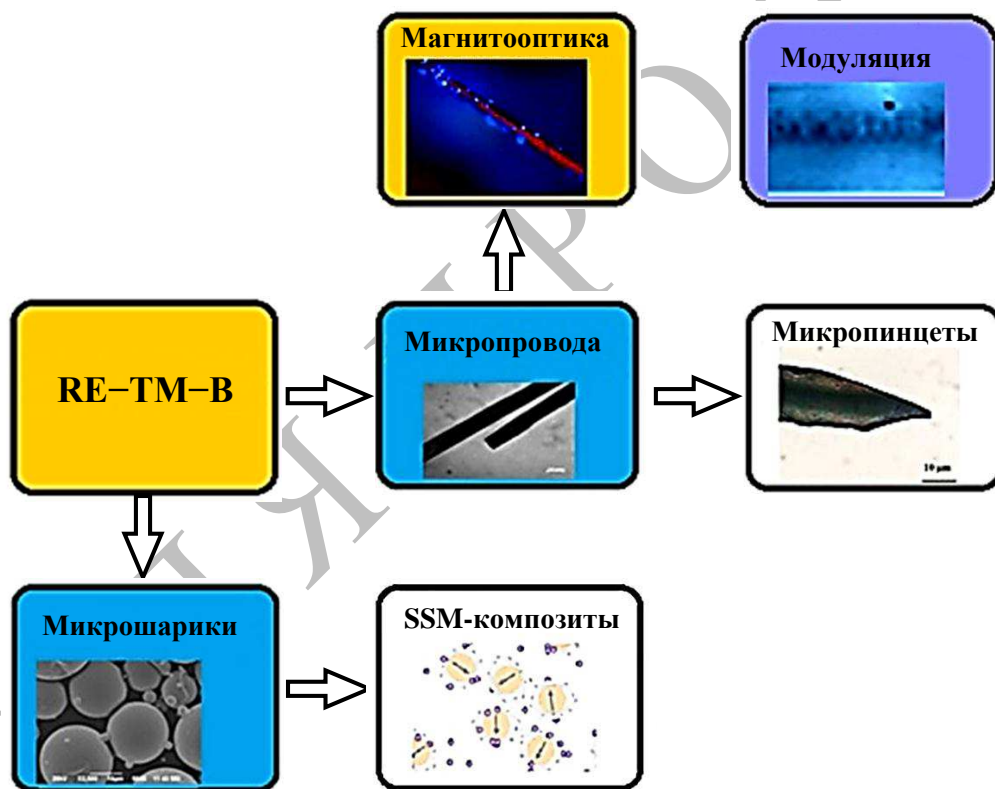


Рис. 10. Направления развития редкоземельных ферромагнитных микромагнитов

Теоретическая значимость полученных результатов заключается в обнаружении и исследовании перехода Альмейды–Тулеса в аморфных микропроводах. Этот переход между спин-стекольным состоянием Изинга и ферримагнитным состоянием микропровода исследован в данной работе как функция магнитного поля и температуры. Полученная карта (зависимость – на рис. 9, б) в координатах «температура–магнитное поле» дает возможность использовать микропровода в качестве эффективных микрохолодильников при переходе между разными магнитными фазами. Кроме того, обнаружено также обменное смещение в тех типах микропроводов, в которых имеется интерфейс между включениями α -Fe и аморфной оболочкой на основе соединения

PrDyFeCoB. Таким образом, при определенных режимах, приводящих к выпадению включений α -Fe в микропроводах, наблюдается новый тип обменного смещения на границе «аморфный ферримагнетик–ферромагнитный переходный металл».

Заключения

В результате исследований получены следующие результаты в области создания редкоземельных микромагнитов:

– получено несколько серий микропроводов и микрошариков на основе соединения PrDyFeCoB различного фазового и химического состава. Аттестация микропроводов позволила установить, что уменьшение скорости охлаждения ведет к смене цилиндрического профиля микропроводов на профиль, близкий по форме к полуцилиндру, что объясняется температурной зависимостью вязкости и поверхностного натяжения расплава. При этом фазовая структура меняется от микропроводов с ядром α -Fe и аморфной оболочкой на основе соединения PrDyFeCoB до структур, не содержащих включений α -Fe;

– детально исследованы фундаментальные параметры объемных ферромагнетиков, которые служили исходным материалом для микромагнитов на основе соединения PrDyFeCoB. Установлены температурные зависимости констант магнитной анизотропии, обменного взаимодействия, а также магнитная вязкость, устанавливающая температурную и временную стабильность объемных магнитов на основе соединения PrDyFeCoB. Показано отличие доменной структуры микрозерен в спеченных магнитах от доменной структуры микропроводов, произведенных из тех же материалов;

– в микропроводах, полученных сверхбыстрым охлаждением из расплава соединения PrDyFeCoB, обнаружена сложная структура распределения намагниченности. В микропроводах с ядром α -Fe и оболочкой из соединения PrDyFeCoB имеется продольная намагниченность ядра и радиальная намагниченность оболочки. В оболочке аморфный ферримагнитный сплав переходит в состояние Изинговского спинового стекла в соответствии с картой в координатах «температура–магнитное поле», полученной авторами данной статьи экспериментально. Интерфейс соединения α -Fe/PrDyFeCoB создает обменное смещение в микропроводах;

– в аморфных микропроводах на основе соединения PrDyFeCoB без включений α -Fe методами микроскопии Керра и магнитооптических индикаторных пленок выявлены радиальные домены и исследованы их параметры в зависимости от величины внешнего поля, диаметра микропровода, присутствия периодических механических нарушений поверхности (преднамеренно созданных царапин);

– показано, что размещение молекулярного комплекса Co (с доказанными ранее свойствами мономолекулярного магнита) на поверхности пластинки спеченного магнита из соединения PrDyFeCoB, а также в композитной смеси с микрошариками приводит к программируемым частотам спиновых переходов в одномолекулярном магните, сопровождающихся резонансным изменением магнитной восприимчивости на заданных частотах, зависящих от магнитной предыстории композита;

– созданы экспериментальные условия для механически индуцированной модуляции доменной структуры, обеспечивающей периодическое изменение магнитного поля рассеяния вдоль длины микропровода. Магнитомодулированные линейные структуры могут служить в качестве основной компоненты линейных электродвигателей микронного масштаба, используемых в медицине;

– разработан метод химического заострения микропроводов, создающих градиент магнитного поля силой 2000 пН, достаточный для манипулирования клеткой. Полученные заостренные микропровода могут быть использованы в качестве термостабильных микропинцетов для манипулирования биологическими объектами.

Библиографический список

1. Vazquez M. *Advanced Magnetic Micro Wires // Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*. John Wiley & Sons, Ltd, 2007. Vol. 4: Novel Materials. P. 2193–2227.
2. Peng H., Qin F., Phan M. *Ferromagnetic microwire composites. From Sensors to Microwire applications*. Springer, 2016. 245 p.
3. Taylor G.F. *Method of drawing metallic filaments and a discussion of their properties and uses // Physical Review*. 1924. Vol. 23. P. 655–660.
4. Vazquez M., Hernando A. *A soft magnetic wire for sensor applications // Journal of Physics D: Applied Physics*. 1996. Vol. 29. P. 939–949.
5. Sun S., Zhang S., Zhang B., Ding W. *Magnetization and Giant Magnetoimpedance Effect of Co-rich Microwires under Different Driven Currents // Journal of Sensors*. 2016. Vol. 2016. P. 1–6.
6. Tian B., Wang L.H., Zhou L.Y. *Magnetic properties and the giant magneto-impedance in joule-heated glass-covered Co-based microwire // Advanced Materials Research*. 2009. Vol. 79. P. 1407–1410.
7. Draganová K., Blažek J., Praslička D., Kmec F. *Possible applications of magnetic microwires in aviation // Fatigue of Aircraft Structures*. 2013. Vol. 1. P. 12–17.
8. Jiang S.D., Eggers T., Thiabgoh O. et al. *Relating surface roughness and magnetic domain structure to giant magneto-impedance of Co-rich melt-extracted microwires // Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. P. 1–8.
9. Qian M.F., Zhang X.X., Wei L.S. et al. *Microstructural evolution of Ni–Mn–Ga microwires during the melt-extraction process // Journal of Alloys and Compounds*. 2016. Vol. 660. P. 244–251.
10. Коплак О.В., Куницына Е.И., Валеев Р.А., Королев Д.В., Пискорский В.П., Моргунов Р.Б. *Ферромагнитные микропровода α -Fe/(PrDy)(FeCo)B для микроманипуляторов и полимерных композитов // Труды ВИАМ*. 2019. №11 (83). Ст. 07. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 05.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-11-60-67.
11. Моргунов Р.Б., Коплак О.В., Таланцев А.Д., Королев Д.В., Пискорский В.П., Валеев Р.А. *Феноменология петель магнитного гистерезиса в многослойных микропроводах α -Fe/DyPrFeCoB // Труды ВИАМ*. 2019. №7 (79). Ст. 08. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 05.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-7-67-75.
12. De Vries A.H.B., Krenn B.E., Van Driel R., Kanger J.S. *Micro Magnetic Tweezers for Nanomanipulation Inside Live Cells // Biophysical Journal*. 2005. Vol. 88. P. 2137–2144.
13. Chiriaca H., Hereaa D.-D., Corodeanua S. *Microwire array for giant magneto-impedance detection of magnetic particles for biosensor prototype // Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2007. Vol. 311. P. 425–428.
14. Baranov S.A. *Cast Amorphous Magnetic Microwires for Medical Application // Advances in Biotechnology and Microbiology*. 2018. Vol. 8. No. 3. P. 50–53.
15. Szary P., Luciu I., Duday D. et al. *Synthesis and magnetic properties of Ta/NdFeB-based composite microwires // Journal of Applied Physics*. 2015. Vol. 117. P. 17D134.
16. Zaluska A., Altounian Z., Strom-Olsen J.O. *Microstructure studies of melt-extracted Nd–Fe–B // Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 1992. Vol. 115. P. 230–240.
17. Ning H., Zhang Y., Zhu H. et al. *Geometry Design, Principles and Assembly of Micromotors // Journal of Micromachines*. 2018. Vol. 9. No. 75. P. 35.
18. Tishin A.M., Spichkin Y.I. *The Magnetocaloric Effect and its Applications*. Bristol, MA: IoP, 2003. 463 p.
19. Zhang H., Qian M., Zhang X. et al. *Magnetocaloric effect of Ni–Fe–Mn–Sn microwires prepared by melt-extraction technique // Materials & Design*. 2017. Vol. 114. No. 15. P. 1–9.
20. Shenga W., Wang J.-Q., Wanga G. et al. *Amorphous microwires of high entropy alloys with large magnetocaloric effect // Intermetallics*. 2018. Vol. 96. P. 79–83.
21. Kavita S., Anusha G., Bhatt P. et al. *On the giant magnetocaloric and mechanical properties of Mn–Fe–P–Si–Ge alloy // Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 817. P. 153232.
22. Моргунов Р.Б., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. *Температурная стабильность редкоземельных магнитов, поддерживаемая с помощью магнитокалорического эффекта // Авиационные материалы и технологии*. 2019. №1 (54). С. 88–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2019-0-1-88-94.

23. Shen H., Luo L., Xing D. et al. The Magnetocaloric Composite Designed by Multi-Gd-Al-Co Microwires with Close Performances // *Physica Status Solidi A*. 2019. Vol. 1900090. P. 1–5.
24. Lopez-Dominguez V., Garcia M.A., Marin P. et al. Tuning Metamaterials by using Amorphous Magnetic Microwires // *Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. P. 1–9.
25. 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.
26. Parkin S.S.P., Hayashi M., Thomas L. Magnetic domain-wall racetrack memory // *Science*. 2008. Vol. 320. P. 190–194.
27. Kablov E.N., Ospennikova O.G., Kunitsyna E.I., Piskorskii V.P., Korolev D.V., Morgunov R.B. Effect of annealing, stoichiometry, and surface on magnetism of (Pr, Dy)FeCoB microparticles ensemble // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2017. Vol. 62 (3). P. 1893–1900.
28. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Пискорский В.П., Королев Д.В., Калинин Ю.Е., Ситников А.В., Куницына Е.И., Таланцев А.Д., Бердинский В.Л., Моргунов Р.Б. Магнитные свойства и спиновая динамика многослойных гранулированных гетероструктур CoFeB–SiO₂ // *Физика твердого тела*. 2016. Т. 58. №6. С. 1086–1092.
29. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Каблов Д.Е., Пискорский В.П., Королев Д.В., Курочкин С.А., Куницына Е.И., Таланцев А.Д., Моргунов Р.Б. Увеличение коэрцитивной силы ансамбля микрочастиц (DyPr)–(CoFe)–B при их диспергировании в полимерной матрице // *Физика твердого тела*. 2016. Т. 58. №7. С. 1272–1277.
30. Chizhik A., Zhukov A., Gonzalez J. et al. Spiral magnetic domain structure in cylindrically-shaped microwires // *Scientific Reports*. 2018. Vol. 8. P. 1–7.
31. Betancourt I., Hrkac G., Schrefl T. Magnetic domain structure and magnetization reversal in amorphous microwires with circular anisotropy: A micromagnetic approach // *Journal of Applied Physics*. 2011. Vol. 109. P. 013902-1–013902-4.
32. Chiriac H., Óvári T.-A., Takajo M. et al. Domain Structure of ‘Thick’ Amorphous Microwires with Nearly Zero Magnetostriction // *Materials Research Society*. 2001. Vol. 674. P. U.7.7.1–U.7.7.6.
33. Chizhik A., Stupakiewicz A., Zhukov A.P., Maziewski A., Gonzalez J., Zablotskii V. Manipulation of Magnetic Domain Structures With Helical Magnetization in Magnetic Microwires // *IEEE Transactions on Magnetism*. 2014. Vol. 50. No. 11. P. 1–4
34. Janutka A., Gawronski P. Structure of magnetic domain wall in cylindrical microwire // *IEEE Transactions on Magnetism*. 2014. Vol. 51. No. 5. P. 1–6.
35. Richter K., Kostyk Y., Varga R., Zhukov A., Larin V. Domain Wall Dynamics in Amorphous Microwires // *Acta Physica Polonica A*. 2008. Vol. 113. No. 1. P. 7–10.

УДК 629.7.023.224

О.Н. Доронин¹, Д.С. Горлов¹, Е.Н. Азаровский¹, А.С. Кочетков¹**ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ЖАРОСТОЙКОГО ПОКРЫТИЯ ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБРАЗЦОВ ИЗ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА**

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-61-70

Для постановки исследовательских работ и определения требований к перспективным вариантам защитных покрытий проведено изучение экспериментального варианта комплексного многослойного жаростойкого ионно-плазменного покрытия при высокотемпературной деформации образцов из интерметаллидного титанового сплава. Показано, что при высоких значениях остаточной деформации основы из интерметаллидного титанового сплава до 11%, многослойное покрытие способно обеспечить достаточно высокий уровень защитных свойств.

Ключевые слова: интерметаллидный титановый сплав, высокотемпературная деформация, барьерный слой, конденсационно-диффузионное покрытие, вакуумно-плазменная технология высоких энергий, антиокислительное покрытие.

O.N. Doronin¹, D.S. Gorlov¹, E.N. Azarovsky¹, A.S. Kochetkov¹**STUDY OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF A HEAT-RESISTANT COATING AT HIGH-TEMPERATURE DEFORMATION OF SAMPLES FROM TITANIUM INTERMETALLIC ALLOY**

In order to set up research works and determine the requirements for the promising options of protective coatings the paper studies an experimental version of a complex multilayer heat-resistant ion-plasma coating at high-temperature deformation of samples from an intermetallic titanium alloy. The article shows that at high values of residual deformation (up to 11%) of a base made of an intermetallic titanium alloy the multilayer coating is capable of providing sufficiently high level of protective properties.

Keywords: intermetallic titanium alloy, high-temperature deformation, barrier layer, condensation-diffusion coating, high-energy vacuum plasma technology, antioxidant coating.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Уникальные свойства интерметаллидных соединений системы Ti–Al обеспечиваются упорядоченной структурой, которая сохраняется вплоть до температуры плавления и позволяет разрабатывать на их основе высокотемпературные сплавы с термостабильной структурой. Поэтому рабочие температуры интерметаллидных титановых сплавов нового поколения, основным компонентом структуры которых являются алюминиды титана TiAl и Ti₃Al, могут достигать 850 °С с сохранением характерных для титановых сплавов низкой плотности, высокой прочности и жаропрочности [1, 2].

Несмотря на то, что компанией GE уже получен первый опыт применения γ -TiAl сплава в составе материала для литых лопаток 5–7-й ступеней турбины низкого давления двигателя GEnx-1B [3], остается открытым вопрос повышения ресурса и защиты деталей из таких сплавов от высокотемпературной коррозии в условиях воздействия

продуктов сгорания топлива, особенно с учетом того, что верхний температурный порог их применения находится в диапазоне интенсивного воздействия сульфидно-оксидной коррозии [4]. Возникает также ряд характерных для титановых сплавов замечаний к защите от износа и фреттинга.

По аналогии с покрытиями для никелевых интерметаллидных сплавов, широко применяемых в современном авиационном газотурбостроении, наиболее эффективным вариантом может являться формирование покрытия на основе материала, близкого по составу к жаропрочной основе, но с увеличенным (по сравнению с основой) содержанием элементов, повышающих жаростойкость. Такой подход обеспечивает максимально близкие значения температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР) основы и покрытия, а также устойчивость к термическим и термоциклическим напряжениям. При этом решаются вопросы адгезии и химической совместимости покрытия с основой. В связи с этим важным является вопрос проведения аналитического обзора разработок в области жаропрочных интерметаллидных титановых сплавов и покрытий, разработанных и опробованных для них. На основе такого обзора можно выявить варианты легирования и управления свойствами разрабатываемых покрытий [5].

Проведение анализа результатов исследований по изучению влияния отдельных легирующих элементов на свойства интерметаллида титана показали, что повышение прочностных, пластических и жаропрочных свойств может быть обеспечено путем формирования интерметаллида Ti_2AlNb (орто-фаза), который образуется при содержании ниобия свыше 15% (атомн.). В супер- α_2 -сплавах появляется новый интерметаллид Ti_2AlNb (орто-фаза), который существенно влияет на их основные свойства. Например, снижение значения ТКЛР для сплавов на основе алюминидов Ti_3Al при увеличении содержания орто-фазы может быть использовано для создания сжимающих напряжений в поверхностном слое покрытия. При этом высокие прочностные и пластические характеристики орто-сплавов при комнатной температуре могут положительно повлиять на характеристики сопротивления усталости изделий с покрытиями [6, 7].

Однако при формировании покрытий на основе орто-сплавов необходимо учитывать, что в качестве легирующих элементов, кроме алюминия и ниобия, для повышения механических свойств используют ряд других элементов (V, Mo, Ta, W, Zr, Si, C, Y, Gd, Sc), которые могут существенно влиять на свойства основы из титанового сплава. Основным недостатком орто-сплавов при их использовании в качестве жаростойких покрытий является снижение жаростойкости при температурах >700 °С, что позволяет рекомендовать их для соединительных слоев с последующим модифицированием поверхности с повышением содержания Ti_3Al и $TiAl$.

Другой класс титановых сплавов, широко исследуемый современными учеными, – это интерметаллидные гамма-сплавы. Их основу составляет интерметаллическое соединение $TiAl$, которое сохраняет свою упорядоченную структуру вплоть до температуры плавления (~ 1450 °С). В качестве легирующих элементов в гамма-сплавах разных поколений используются V, Nb, Cr, Mn, B, C и редкоземельные металлы (РЗМ). В некоторых вариантах создаются условия для формирования в структуре сплава дисперсных керамических соединений TiB , TiB_2 и TiC [6, 7]. Важнейшим достоинством гамма-сплавов является их высокая жаропрочность, обусловленная природой интерметаллидного соединения, которая неизбежно приводит к ряду негативных для практического применения последствий – таких как низкая технологичность и высокая стоимость их переработки в материалы для нанесения покрытий (порошки, катоды, мишени и т. п.). Крайне низкая пластичность $\leq (0,5-1,5)\%$ может привести к охрупчиванию поверхности и не позволит формировать слои покрытий на основе гамма-сплавов достаточно большой толщины.

Исходя из анализа совокупности свойств гамма сплавов, с учетом их низкой технологичности, можно рекомендовать формирование поверхностных слоев на их основе с использованием диффузионных или комбинированных методов нанесения на обычные или орто-сплавы. При этом для повышения вязкости и пластичности покрытий рационально создавать тонкие поверхностные слои или многослойные покрытия с чередованием гамма-сплава с титановым сплавом, имеющим высокую пластичность.

Одним из перспективных направлений исследований в области высокотемпературных интерметаллидных титановых сплавов являются эвтектические сплавы системы Ti–Si–Al, которые обладают хорошей жаростойкостью и устойчивостью к термоциклическому воздействию при температурах до 1000 °С. Такие сплавы дополнительно могут быть легированы Zr, Mo, Cr, Fe и В, которые повышают стойкость сплавов к термоциклированию при нагреве и охлаждении в интервале температур 800–1020 °С. Лучшими свойствами обладают сплавы, содержащие Ti–(2–20)Si–(2–13)Al–(0,01–2)Mn, Cr, Fe и В (здесь и далее – состав в % (по массе)) [8]. Такие сплавы могут быть использованы не только как самостоятельные защитные покрытия, но и в качестве промежуточного соединительного слоя, на поверхности которого может быть сформирован слой Ti–Al.

Перспективные исследования ведутся также в области интерметаллидных сплавов, содержащих тэта-фазу Al₂Ti, структурно стабильную до температуры 1433 °С. Эта фаза обладает высоким модулем упругости при низких температурах и хорошей жаростойкостью до температуры 1000 °С. Создание поверхностных слоев защитных покрытий на основе тэта-фазы потенциально позволит повысить жаростойкость и характеристики сопротивления усталости, по сравнению с поверхностными слоями на базе интерметаллидов Ti₃Al и TiAl [8].

При температурах >700 °С в титановых сплавах резко ускоряются как диффузионные процессы, так и химическое взаимодействие с окружающей средой. Поэтому для выбора наилучших вариантов конструкции покрытий важно провести систематизированный анализ уже исследованных и опробованных разработок в области защитных покрытий для высокотемпературных интерметаллидных титановых сплавов.

Наиболее распространенным приемом защиты от негативного влияния легирующих элементов покрытия на основу является применение барьерных слоев между основой и жаростойким или износостойким слоем. В работе [9] барьерный слой состава Ti–(50–55)Al–(9–20)Fe применяется для предотвращения диффузии между интерметаллидным титановым сплавом и жаростойким покрытием системы Fe–Cr–Al–Y, работающим при температуре 800 °С. В работе [10] и патенте [11] барьерный слой из ниобия или тантала толщиной до 10 мкм используется в четырехслойном покрытии, содержащем также промежуточный слой из меди, слой из никелевого суперсплава и внешний слой на основе железа системы Fe–Cr–Al–Y. В работе [12] и патентах [13–15] описывается износостойкое покрытие, состоящее из карбида хрома (который может служить диффузионным барьером) с последующим нанесением слоев: MCrAlY (где M: NiCo или CoNi); ZrO₂, стабилизированного Y₂O₃, с пористостью 8% и внешним слоем Al₂O₃ с пористостью 5%. В работе [16] патентах [17, 18] описано композиционное покрытие Al/Al₂O₃/MCrAlY (где M может быть Ni, Co либо Ni+Co), в котором слои Al/Al₂O₃ также могут быть рассмотрены как барьерные.

Все современные исследования в области разработки жаростойких покрытий направлены на формирование многослойных конструкций. В ряде исследований в качестве внешнего жаростойкого слоя используется интерметаллид TiAl [16, 17, 19–21], а в качестве переходного (соединительного) слоя – сплавы системы Ti–Cr–Al [19, 22]. В ряде работ в качестве жаростойкого слоя используются традиционные для никелевых сплавов системы покрытий (Ni, Co, Ni+Co)CrAlY [16, 17, 23, 24]. Ведутся также

работы, в которых на промежуточном соединительном жаростойком слое TiCrAl или (Ni, Co, Ni+Co)CrAlY формируется керамический термобарьерный слой на основе оксидов циркония или алюминия [12, 25, 26].

Важным выводом из рассмотренных материалов может являться то, что в абсолютном большинстве исследований, направленных на разработку защитных покрытий для сплавов на основе интерметаллида TiAl на рабочие температуры >750 °С, используются барьерные слои. С учетом химической активности основы, для формирования таких слоев применяют вакуумные процессы физического осаждения или ассистированные плазмой процессы. При этом, несмотря на явное преобладание исследовательских работ, в которых используются традиционные для никелевых сплавов жаростойкие слои (Ni, Co, Ni+Co)CrAlY, достаточно перспективными являются работы с использованием жаростойких слоев системы Ti–Cr–Al.

Материалы и методы

Для исследования механизмов работы многослойных покрытий проведен эксперимент, в ходе которого образец из модельного интерметаллидного титанового сплава подвергали испытаниям на длительную прочность до разрушения при температуре 800 °С, после чего оценивали состояние покрытия и основы в зоне шейки образца и в переходной зоне.

В качестве основы выбран модельный интерметаллидный титановый гамма-сплав системы Ti–Al–Cr–Nb–V, из которого литьем и электронно-лучевым спеканием получены стандартные образцы для испытаний на длительную прочность [27].

На полученные образцы с использованием вакуумно-плазменной технологии высоких энергий (ВПТВЭ) нанесено многослойное конденсационно-диффузионное покрытие, содержащее барьерный слой, жаростойкий соединительный слой и внешний жаростойкий слой [28, 29]. Конструкция экспериментального покрытия приведена на рис. 1.



Рис. 1. Конструкция многослойного ионно-плазменного конденсационно-диффузионного покрытия

Для барьерного слоя в модельном эксперименте использован нитрид титана как наиболее распространенный в качестве покрытия для титановых сплавов вариант защитного покрытия [30, 31]. С учетом того, что в условиях воздействия окислительной среды покрытие на основе нитрида титана начинает интенсивно деградировать уже при температуре 500–600 °С, предполагалось, что в случае нарушения или неэффективной работы жаростойкого покрытия при температуре 800 °С будут отчетливо различимы изменения структуры барьерного слоя.

С учетом необходимости оценки интенсивности протекания диффузионных процессов, в качестве индикаторного соединительного слоя выбран наименее легированный стандартный титановый сплав ВТ1-0 (ГОСТ 19807–91). Задачей применения соединительного слоя с минимальным уровнем легирования была оценка диффузии из

внешнего жаростойкого слоя в направлении основы, а также диффузии элементов основы через барьерный слой.

В качестве наружного жаростойкого слоя сформирован диффузионный поверхностный слой системы Ti+(Al–Ni–Si–B), обогащенный алюминием, но содержащий никель, который может негативно сказываться на свойствах титановых сплавов. При этом наружный слой должен обеспечить образование сплошной оксидной пленки на поверхности покрытия для защиты сплава от высокотемпературного окисления.

После нанесения покрытий проведен вакуумный отжиг при температуре 800 °С в течение 90 мин для формирования структуры, стабильной при температуре испытаний. Внешний вид стандартного образца с экспериментальным покрытием приведен на рис. 2.



Рис. 2. Общий вид образца из модельного титанового сплава с покрытием

После формирования покрытия образцы подвергнуты испытаниям на длительную прочность на испытательной машине ZST2/3 при температуре 800 °С до полного разрушения, после чего проведено исследование покрытия в зоне разрушения (шейки) и переходной зоне на растровом электронном микроскопе FEI Quanta Inspect.

Результаты и обсуждение

Внешний вид исследуемых модельных образцов с экспериментальными покрытиями после испытаний на длительную прочность приведен на рис. 3. На торце литого образца после разрушения отчетливо видны различные зоны, отличающиеся по цвету (рис. 4, а). Несмотря на остаточную деформацию не менее 11% в районе шейки, по периметру окружности литого образца пустот между основой и покрытием не наблюдается (рис. 4, а), четко виден контур покрытия по всему периметру образца, что свидетельствует о повышенных адгезионных свойствах.

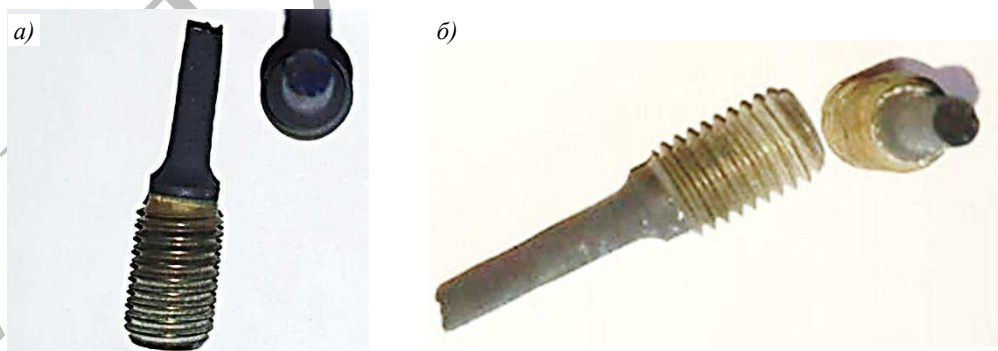


Рис. 3. Внешний вид литого (а) и синтезированного (б) образцов после проведения испытаний на длительную прочность

На торце синтезированного образца после разрушения видны отдельные участки без покрытия (рис. 4, б). Локальное отслоение может свидетельствовать о снижении адгезионных характеристик по сравнению с литым образцом и необходимости дополнительной подготовки поверхности синтезированных изделий перед нанесением покрытий.

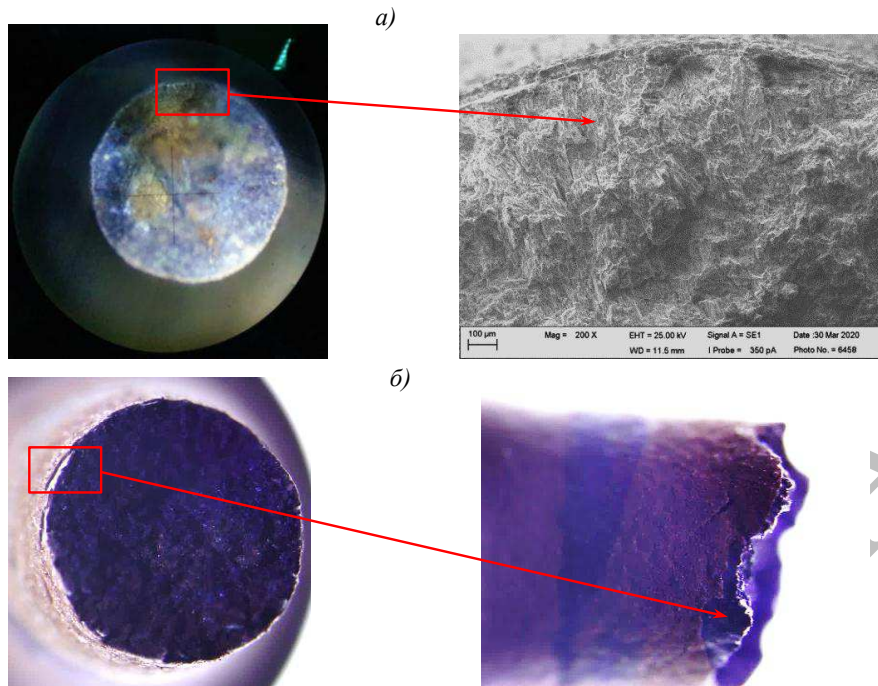


Рис. 4. Внешний вид разрушенного торца литого (а) и синтезированного образцов (б)

Для исследования механизмов совместной деформации покрытий и основы в зоне шейки и переходной зоне проведено металлографическое исследование поперечного шлифа образцов в плоскости, параллельной оси растяжения. Схема раскроя образцов для исследования приведена на рис. 5.

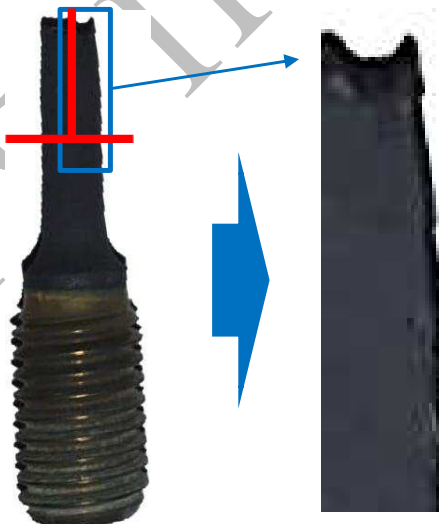


Рис. 5. Схема раскроя образцов для исследования

Внешний вид шлифа литого образца для металлографического исследования приведен на рис. 6. Структура сформированного покрытия после испытаний (рис. 6, б–е), характерная для конденсационно-диффузионных покрытий, состоит из трех слоев и совпадает со схемой многослойного покрытия, приведенной на рис. 1. На поверхности жаростойкого слоя формируется рыхлая оксидная пленка, которая при пластической деформации основы непрерывно растрескивается, о чем свидетельствует локальное увеличение ее толщины на разных участках (рис. 6, д). По результатам металлографического исследования

образца можно заключить, что связующий слой не имеет отслоений и сквозных трещин до основы, даже в зоне шейки (рис. 6, в, е). В зоне шейки из-за существенной локальной деформации образца в барьерном слое и в жаростойком слое покрытия образуются трещины (рис. 6, в, е). При этом в переходной зоне трещин в барьерном слое не обнаружено (рис. 6, б, г). Образование трещин в барьерном слое не вызывает дальнейшего распространения разрушения внутрь основного материала. Повреждения жаростойкого слоя в переходной зоне локализованы в виде микротрещин (рис. 6, д). Образование трещин в жаростойком слое не вызывает развития разрушения в соединительном слое.

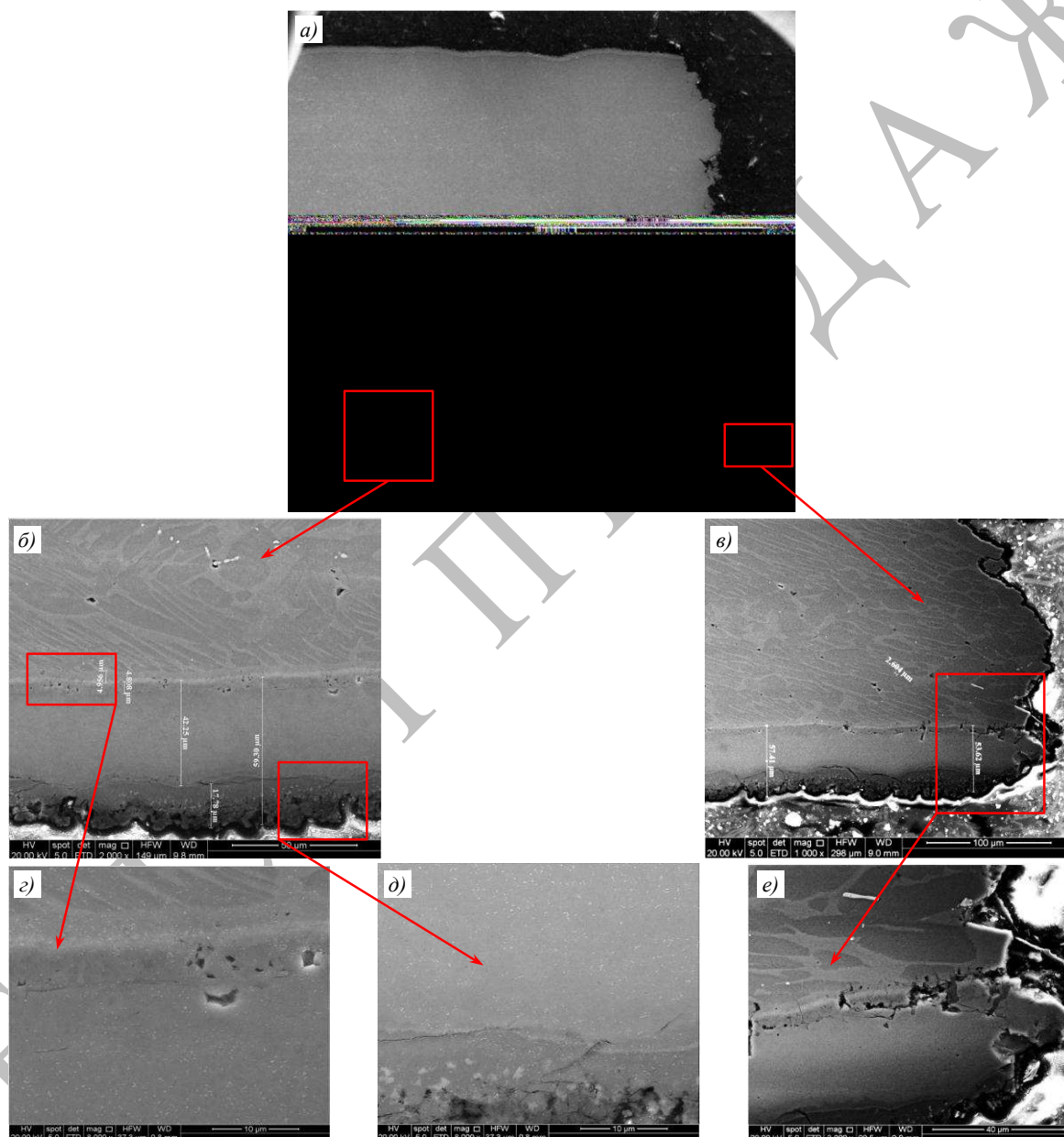


Рис. 6. Структура экспериментального покрытия в переходной зоне (б, г, д) и зоне шейки (в, е) литого образца

Внешний вид шлифа синтезированного образца для металлографического исследования приведен на рис. 7. Структура сформированного покрытия после испытаний (рис. 7, б–г), характерная для конденсационно-диффузионных покрытий, состоит

из трех слоев и совпадает со схемой многослойного покрытия, приведенной на рис. 1. На поверхности жаростойкого слоя формируется рыхлая оксидная пленка, аналогичная таковой на литом образце, которая при пластической деформации основы непрерывно растрескивается, о чем свидетельствует локальное увеличение ее толщины (рис. 7, б-г). По результатам металлографического исследования образца можно заключить, что барьерный слой в зоне шейки образца имеет отслоения, при этом разрушение происходит, вероятно, по механизму сдвига, так как вертикальные трещины в покрытии в зоне шейки достаточно далеко отстоят друг от друга (рис. 7, б, в).

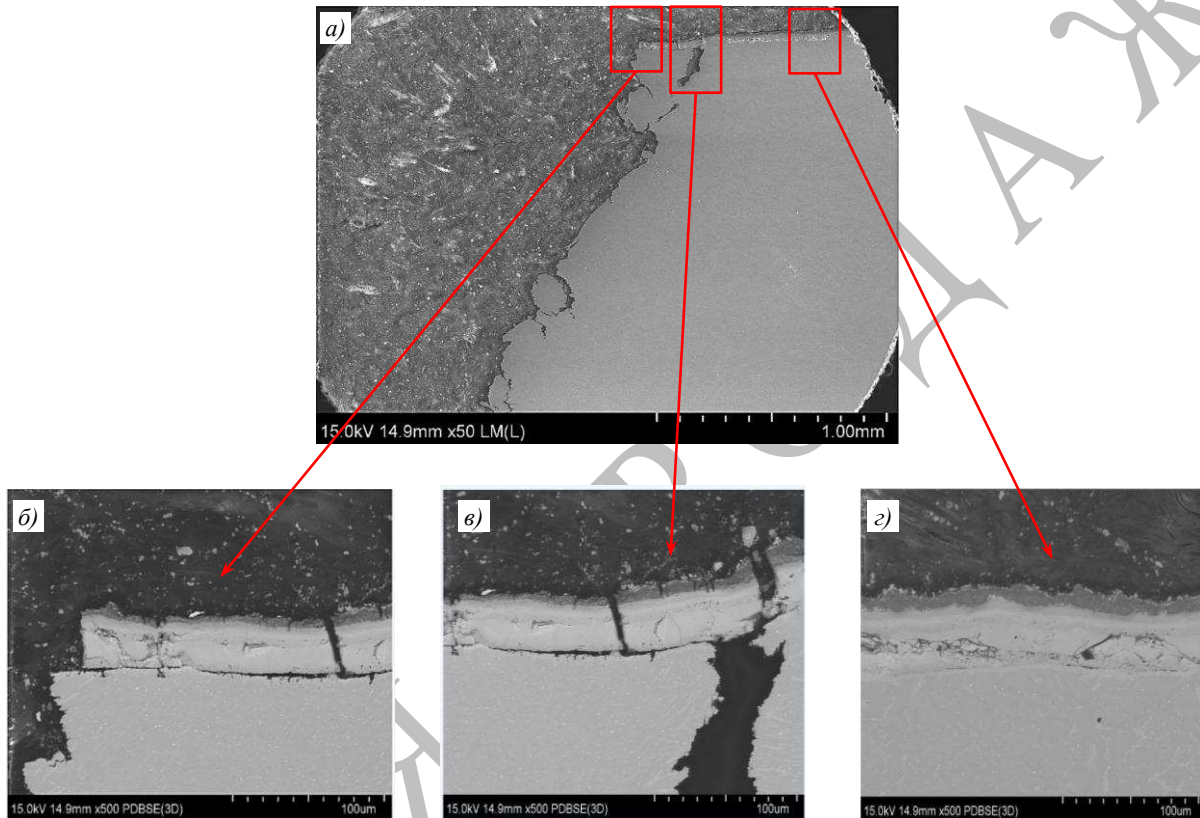


Рис. 7. Структура экспериментального покрытия в зоне шейки (б, в) и переходной зоне (г) синтезированного образца

В переходной зоне в барьерном слое появляются растрескивания, частично переходящие в соединительный слой, но не приводящие к сквозному растрескиванию покрытия (рис. 7, г). Образование трещин в барьерном слое не вызывает дальнейшего распространения разрушения внутрь основного материала. Повреждения жаростойкого слоя в переходной зоне практически отсутствуют (рис. 7, г).

Заключения

Проведенные исследования экспериментального покрытия на модельных образцах интерметаллидного титанового сплава показали, что предложенная конструкция конденсационно-диффузионного покрытия обеспечивает защиту основы при высокотемпературной деформации вплоть до разрушения образца. Образование трещин в барьерном слое не вызывает дальнейшего распространения разрушения внутрь основного материала. Образование трещин в жаростойком слое не вызывает развития разрушения в соединительном слое и не приводит к образованию сквозных трещин до основного материала.

На поверхности жаростойкого слоя, обогащенного алюминием, формируется рыхлая оксидная пленка, которая при пластической деформации основы непрерывно разрушается с образованием оксида на открытых участках, при этом сплошность оксидной пленки сохраняется на всей поверхности.

На основании сопоставления полученных результатов исследования литого и синтезированного образцов можно сделать вывод об ухудшении адгезионных и механических свойств барьерного слоя, нанесенного на синтезированный образец, по сравнению с таковым на литом образце, что вызывает различные механизмы разрушения экспериментального покрытия при значительной деформации модельного интерметаллидного титанового сплава.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Давыдова Е.А. Исследование структурно-фазовых превращений в псевдо- β -титановых сплавах и влияния скорости охлаждения с температуры гомогенизации на структуру и свойства сплава ВТ47. Часть 1 // Труды ВИАМ. 2020. №6–7 (89). Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-3-10.
2. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Давыдова Е.А. Исследование структурно-фазовых превращений в псевдо- β -титановых сплавах и влияния скорости охлаждения с температуры гомогенизации на структуру и свойства сплава ВТ47. Часть 2 // Труды ВИАМ. 2020. №8 (90). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-8-11-19.
3. Ночовная Н.А., Базылева О.А., Каблов Д.Е., Панин П.В. Интерметаллидные сплавы на основе титана и никеля / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 308 с.
4. Sauthoff G. New developments in intermetallic compounds in West Germany. *Frontiers of Materials Research // Electronic and Optical Materials*. Elsevier, 1991. P. 17–24.
5. Takekawa M., Kurashie M. Making Lighter Aircraft Engines with Titanium Aluminide Blades. The current state of net shape casting // *IHI Engineering Review*. 2014. Vol. 47. No. 1. P. 10–13.
6. Lecarrié G., Collain C. Snecma (Safran) and Mecachrome sign contract for production of titanium aluminide blades on the LEAP engine. URL: http://www.safran-group.com/media/20140414_snecma-safran-and-mecachrome-sign-contract-production-titanium-aluminide-blades-leap-engine (дата обращения: 29.10.2020).
7. Косьмин А.А., Будиновский С.А. Мубояджян С.А. Жаро- и коррозионностойкое покрытие для рабочих лопаток турбины из перспективного жаропрочного сплава ВЖЛ21 // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №1 (46). С. 17–24. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-1-17-24.
8. Азаровский Е.Н., Мубояджян С.А. Исследование процесса модифицирования сталей ЭП866 и ЭИ961 в титановой плазме ВДР с испытаниями на стойкость к солевой коррозии // *Труды ВИАМ*. 2018. №2 (62). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-11-11.
9. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технологии, покрытия / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2-е изд. М.: Наука, 2006. 632 с.
10. Кашапов О.С., Новак А.В., Ночовная Н.А., Павлова Т.В. Состояние, проблемы и перспективы создания жаропрочных титановых сплавов для деталей ГТД // *Труды ВИАМ*. 2013. №3. Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020).
11. Barrier coatings for oxidation protection incorporating compatibility layer: pat. US5049418; filed 19.02.91; publ. 17.09.91.
12. Ночовная Н.А., Панин П.В., Алексеев Е.Б., Новак А.В. Закономерности формирования структурно-фазового состояния сплавов на основе орто- и гамма-алюминидов титана в процессе термомеханической обработки // *Вестник РФФИ*. 2015. №1. С. 18–24.
13. High-temperature wear-resistant member and its manufacturing method: pat. JP2009041059; filed 08.08.07; publ. 14.11.12.

14. Method for producing abrasive tips for gas turbine blades: pat. US6194086; filed 16.04.99; publ. 27.02.01.
15. Abrasive ceramic matrix turbine blade tip and method for forming: pat. US5952110; filed 24.12.96; publ. 14.09.99.
16. Алексеев Е.Б., Ночовная Н.А., Новак А.В., Панин П.В. Деформируемый интерметаллидный титановый орто-сплав, легированный иттрием. Часть 1. Исследование микроструктуры слитка и построение реологических кривых // Труды ВИАМ. 2018. №6 (66). Ст. 02. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-12-21.
17. Titanium matrix composites: pat. US5624505; filed 14.10.94; publ. 29.04.97.
18. Turbine blade tip with optimized abrasive: pat. US2005/0129511; filed 11.12.03; publ. 16.06.05.
19. Oxidation-resistant Ti–Al–Fe alloy diffusion barrier coatings: pat. US5776617; filed 21.10.96; publ. 07.07.98.
20. Oxidation protection method for titanium: pat. US5672436; filed 31.05.90; publ. 30.09.97.
21. Oxidation protection method for titanium: pat. US5776266; filed 05.06.95; publ. 07.07.98.
22. Aluminum/aluminum oxide/Ni-base superalloy composite coating for titanium-aluminum alloy and preparation method thereof: pat. CN101310969; filed 23.05.07; publ. 26.11.08.
23. Aluminum/aluminum oxide diffusion blocking layer for titanium-aluminum alloy: pat. CN101310970; filed 23.05.07; publ. 26.11.08.
24. Two-phase (TiAl+TiCrAl) coating alloys for titanium aluminides: pat. US5837387; filed 03.07.96; publ. 17.11.98.
25. Ti–Cr–Al protective coatings for alloys: pat. US5783315; filed 10.03.97; publ. 21.07.98.
26. Метод упрочнения поверхности металлических изделий: пат. RU2340704; заявл. 01.02.07; опубл. 10.12.08.
27. Каблов Е.Н., Кашапов О.С., Медведев П.Н., Павлова Т.В. Исследование двухфазного титанового сплава системы Ti–Al–Sn–Zr–Si–β-стабилизаторы // Авиационные материалы и технологии. 2020. №1 (58). С. 30–37. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-30-37.
28. Метод обработки рабочей поверхности деталей: пат. RU2308537; заявл. 14.03.06; опубл. 20.10.07.
29. Александров Д.А., Мубояджян С.А., Журавлева П.Л., Горлов Д.С. Исследование влияния подготовки поверхности и ассистированного осаждения на структуру и свойства эрозионно-стойкого ионно-плазменного покрытия // Труды ВИАМ. 2018. №10 (70). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-62-73.
30. Coating systems for titanium oxidation protection: pat. US5077140; filed 17.04.90; publ. 31.12.91.
31. Modified MCrAlY coatings on turbine blade tips with improved durability: pat. US2007264523; filed 02.03.04; publ. 15.11.07.

УДК 629.7.023.222

В.А. Кузнецова¹, С.А. Марченко¹, В.В. Емельянов¹, В.Г. Железняк¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ ЭПОКСИДНЫХ ОЛИГОМЕРОВ И ОТВЕРДИТЕЛЕЙ НА ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ЛАКОКРАСОЧНЫХ ПОКРЫТИЙ**

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-71-79

Проведены исследования лаковых покрытий, изготовленных на основе эпоксидных олигомеров различной молекулярной массы, отвержденных отвердителями аминного типа. Исследованы термостойкость, эрозионная стойкость, прочностные и деформационные характеристики свободных лаковых пленок, а также их физико-механические свойства. Установлено, что на свойства эпоксидных лаковых покрытий существенное влияние оказывают молекулярная масса олигомера и химическая природа отвердителя, используемых для получения покрытий. Показано, что с увеличением молекулярной массы используемых для получения покрытий эпоксидных олигомеров происходит повышение их эксплуатационных свойств, таких как термостойкость, эрозионная стойкость, физико-механические свойства.

Ключевые слова: эпоксидные олигомеры, отвердители, эрозионная стойкость, термостойкость, адгезия, прочность при разрыве, относительное удлинение, прочность при ударе.

V.A. Kuznetsova¹, S.A. Marchenko¹, V.V. Emelyanov¹, V.G. Zheleznyak¹**STUDY OF THE INFLUENCE OF MOLECULAR MASS OF EPOXY OLIGOMERS AND HARDENERS ON THE OPERATIONAL PROPERTIES OF PAINT COATINGS**

The paper provides the results of studies of lacquer coatings made on the basis of epoxy oligomers of different molecular mass hardened by the amine type hardeners. Thermal resistance, erosion resistance, strength and deformation characteristics of free lacquer films, as well as their physical and mechanical properties have been examined. It has been determined that the properties of epoxy lacquer coatings are significantly influenced by the molecular mass of the oligomer and hardener used to produce these coatings. It is shown that with the increase in the molecular mass used to obtain coatings epoxy oligomers improve their operational properties, such as heat resistance, erosion resistance, physical and mechanical properties.

Keywords: epoxy oligomers, hardeners, erosion resistance, heat resistance, adhesion, strength at rupture, relative elongation, strength on impact.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Для защиты конструкций, изготовленных из металлических и неметаллических материалов, эксплуатирующихся в условиях эрозионного воздействия (снега, песка, капель дождя), высоких температур, влажности, коррозионно-активной среды и т. д., повсеместно применяются эрозионностойкие покрытия.

Поскольку воздействие вышеприведенных факторов может привести к появлению очагов коррозии, уменьшающих сопротивление усталости металла либо, в случае

полимерных композиционных материалов, снижающих конструкционную прочность изделий, крайне необходимо применение эрозионностойких покрытий, так как они позволяют обеспечить заданный ресурс работы защищаемых конструкций [1–6].

В процессе эксплуатации авиационной техники эрозионный износ наблюдается при воздействии однофазного или двухфазного высокоскоростного потока (газообразное и газочапельное изнашивание) на внешние поверхности антенных обтекателей, лопаток компрессора, лопастей винтов, а также на лобовые поверхности крыльев и оперения.

В ранее опубликованных работах показано, что эрозионная стойкость лакокрасочных покрытий (ЛКП) определяется прочностью и эластичностью полимерной матрицы. Это обеспечивает способность покрытия выдерживать ударно-абразивное воздействие твердых или жидких частиц без существенного ухудшения физико-механических и защитных свойств [7–12].

Для обеспечения надежной защиты конструкции с использованием эрозионностойких ЛКП необходимо наличие прочного адгезионного взаимодействия их с защищаемой поверхностью. Именно благодаря высокой адгезии удается существенно повысить ресурс работы ЛКП при эксплуатации. На величину адгезии покрытия к подложке в первую очередь влияет природа полимера и материал подложки, а также условия формирования покрытия. Наиболее высокая адгезионная прочность достигается у покрытий, формируемых из олигомерных пленкообразователей, превращаемых в трехмерное состояние непосредственно на подложках [13, 14].

Адгезия ЛКП к подложке повышается по мере увеличения в эпоксидном олигомере количества полярных функциональных групп –ОН и –СООН, число которых в свою очередь зависит от молекулярной массы эпоксидного олигомера и отвердителя [15–18].

Данная работа посвящена исследованию влияния молекулярной массы эпоксидных пленкообразующих, отверждаемых отвердителями аминного типа, на основные эксплуатационные свойства защитных ЛКП. Известно, что полимерное пленкообразующее для создания ЛКП является основным компонентом, который обеспечивает высокие эксплуатационные характеристики, поэтому от выбора полимерной матрицы зависят основные эксплуатационные свойства ЛКП [19].

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») [20].

Материалы и методы

Лакокрасочные материалы на основе эпоксидных пленкообразующих применяются для разработки защитных покрытий ответственного назначения. Их характеризует высокая прочность сцепления с металлической поверхностью, высокая водостойкость, а также устойчивость к агрессивным жидкостям, низкая пористость, достаточно высокая прочность и твердость покрытий [21–30].

В качестве объектов исследования выбраны диановые эпоксидные пленкообразующие, отличающиеся молекулярной массой, основные характеристики которых представлены в табл. 1.

Таблица 1

Характеристики исследуемых эпоксидных олигомеров

Эпоксидный олигомер	Молекулярная масса, а. е. м.	Эпоксидное число, %	Температура размягчения, °С
ЭД-20	~(360–470)	18–22	–
Э-41	~(900–1100)	9,0–12,0	72–82
Э-49	~2500	2,0–4,5	95–105

Для отверждения вышеуказанных эпоксидных олигомеров выбраны отвердители аминного типа:

- гексаметилендиамин (ГМД) с молекулярной массой ~116 а. е. м.;
- полиаминоамид (низкомолекулярный полиамид ПО-300) с молекулярной массой ~2800 а. е. м.

Для получения свободных пленок и лаковых покрытий эпоксидные смолы (пленкообразующие), а также полиаминоамид ПО-300, использовали в виде растворов в смеси органических растворителей. Для определения адгезии, прочности при ударе, эластичности при изгибе, устойчивости к эрозии изготовили пластины из сплава ВД17 толщиной 2 мм с гидropескоструйной подготовкой поверхности. Свободные пленки лаковых покрытий получали в соответствии с ГОСТ 14243–78. Толщина полученных покрытий составляла 95–110 мкм. Межслойную сушку лаковых покрытий и пленок осуществляли при температуре 100 °С в течение 3 ч. Для достижения максимально высокого уровня структурообразования использовали дополнительную термообработку покрытий при температуре 150 °С. Продолжительность термообработки составляла 5 ч.

Свойства отвержденных лаковых покрытий определяли с использованием следующих методик: прочность при ударе – по ГОСТ 4765–73; эластичность пленки покрытия при изгибе – по ГОСТ 31794–2012; адгезия покрытий – по ГОСТ 15140–78.

На основе отвержденных исследуемых композиций получены свободные пленки толщиной от 100 до 120 мкм для изучения их прочностных и деформационных характеристик.

Механические свойства свободных пленок определяли на разрывной машине в соответствии с ГОСТ 18299–72 при скорости нагружения образца 5 мм/мин. Свойства эпоксидных лаковых покрытий определяли в исходном состоянии и после термического воздействия при температуре 150 °С в течение 600 ч. Термостойкость покрытий оценивали термогравиметрическим методом по изменению весовых характеристик пленок покрытий (потери массы) после воздействия температуры, а также по изменению их стойкости к эрозии, адгезии, прочности при ударе, эластичности при изгибе. Стойкость покрытий к газоабразивной эрозии определяли в соответствии с СТП 1-595-9-110–84 на установке «Тайфун» центробежного типа при температуре 20 °С. С целью изучения влияния молекулярной массы на эрозионную стойкость покрытий выбрана скорость вращения ротора установки «Тайфун» 1000 об/мин.

Результаты и обсуждение

В работе изучено влияние молекулярной массы эпоксидных пленкообразующих (смол), отверждаемых отвердителями аминного типа, на термостойкость, стойкость к газоабразивной эрозии, адгезию к защищаемой поверхности и другие эксплуатационные характеристики лаковых покрытий.

В табл. 2 представлены результаты термогравиметрического анализа (потери массы) после искусственного старения при температуре 150 °С.

Таблица 2

Результаты определения уноса массы покрытия при термостарении

Состав полимерной композиции	Толщина покрытия, мкм	Потери массы, %, покрытия после термостарения при температуре 150 °С в течение, ч						
		50	100	200	300	400	500	600
Э-49+ГМД	95–100	0,4	0,97	1,9	2,4	3,1	3,7	3,9
Э-49+ПО-300	90–100	0,3	0,73	1,6	2,2	2,9	3,4	3,6
Э-41+ГМД	95–105	0,7	1,4	2,5	3,3	3,8	4,7	5,1
Э-41+ПО-300	90–100	0,6	1,1	2,2	2,8	3,5	4,3	4,5
ЭД-20+ГМД	95–110	1,1	1,95	3,4	4,1	4,8	5,2	5,5
ЭД-20+ПО-300	95–100	1	1,7	2,9	3,6	4,2	5	5,3

На рис. 1 представлена зависимость относительной потери массы эпоксидных лаковых покрытий с различными отвердителями. Из полученных результатов следует, что с увеличением продолжительности термостарения лаковых покрытий при температуре 150 °С наблюдается монотонное увеличение потери массы изучаемых покрытий, затем происходит снижение скорости потери массы, что может быть связано с образованием более устойчивых структур полимерной матрицы.

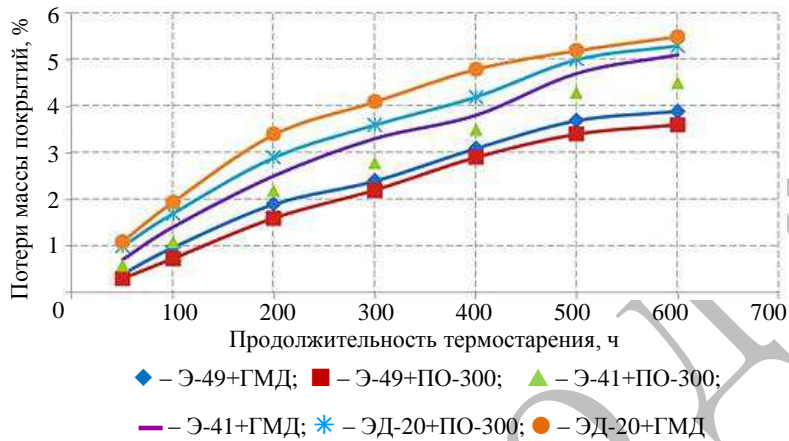


Рис. 1. Кинетика изменения весовых характеристик эпоксидных покрытий при термостарении при температуре 150 °С в течение 600 ч

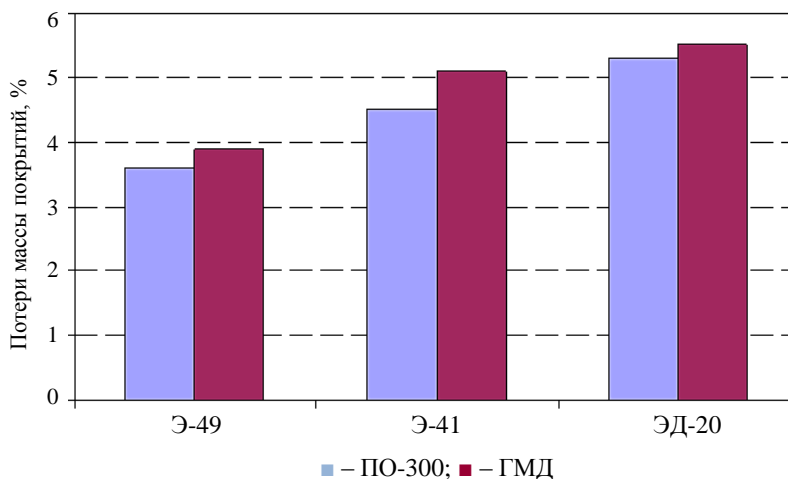


Рис. 2. Влияние молекулярной массы эпоксидного олигомера и отвердителя на термостойкость лаковых покрытий

Анализ представленных данных позволяет сделать вывод, что потери массы исследуемых полимерных композиций зависят от молекулярной массы эпоксидного олигомера, а также от химической природы применяемого отвердителя (рис. 2). Наименьшие потери массы получены для покрытий на основе эпоксидного олигомера Э-49, средние значения 3,6% – для покрытий, отвержденных полиаминоамидом ПО-300, и 3,9% – для покрытий, отвержденных гексаметилендиамином.

Наименее устойчивыми оказались покрытия на основе эпоксидного олигомера ЭД-20. Среднее значение потери массы для покрытий, отвержденных низкомолекулярным полиамидом, составляет 5,3%, а для покрытий, отвержденных гексаметилендиамином, 5,5%.

Из результатов, представленных на рис. 1, также следует, что на термостойкость лаковых покрытий в гораздо большей степени оказывает влияние молекулярная масса эпоксидного олигомера, чем химическая природа отвердителя.

Исследовано влияние молекулярной массы эпоксидных олигомеров и отвердителей на стойкость к эрозии эпоксидных лаковых покрытий. На рис. 3 приведены результаты определения эрозионной стойкости покрытий при скорости вращения ротора 1000 об/мин. Видно, что на эрозионную стойкость полученных эпоксидных лаковых покрытий существенно влияет молекулярная масса использованного для получения покрытий пленкообразующего. Наиболее высокие значения эрозионной стойкости получены на лаковых покрытиях с использованием смолы Э-49.

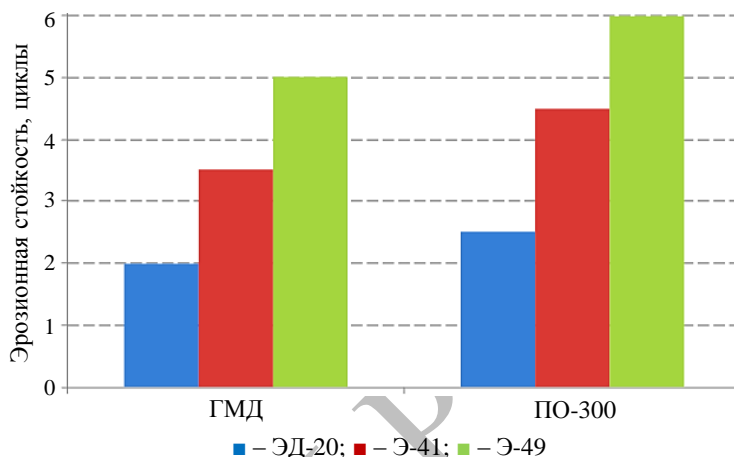


Рис. 3. Влияние молекулярной массы эпоксидного олигомера и отвердителя на эрозионную стойкость лаковых покрытий

При сравнении результатов, полученных при определении эрозионной стойкости лаковых покрытий на основе эпоксидных смол Э-49 и ЭД-20, отвержденных отвердителем ПО-300, видно, что эрозионная стойкость покрытия на основе олигомера Э-49 в 1,5 раза выше, чем у покрытия на основе олигомера ЭД-20.

Из данных, представленных на рис. 3, видно, что отвердитель также оказывает влияние на стойкость к эрозии исследуемых покрытий, но в меньшей степени, чем молекулярная масса эпоксидного олигомера. Повышение эрозионной стойкости лаковых покрытий ЭД-20 и Э-49, отвержденных отвердителем ПО-300, по сравнению с аналогичными покрытиями, полученными с применением ГМД, составляет 20%.

Большой интерес представляет изучение влияния молекулярной массы эпоксидного олигомера и химической природы отвердителя аминного типа на прочность и удлинение при разрыве (рис. 4). Из полученных результатов следует, что прочностные и деформационные характеристики свободных пленок при разрыве определяются как молекулярной массой эпоксидного олигомера, так и типом применяемого отвердителя. Это объясняется тем, что механические характеристики отвержденного олигомера зависят как от частоты пространственной сетки, так и от подвижности сегментов макромолекул. Из приведенных результатов также следует, что для использованных отвердителей прочность пленки при разрыве возрастает с увеличением молекулярной массы олигомера, а также увеличением степени «сшивки» при отверждении, т. е. частоты поперечных связей. Одновременно с возрастанием прочности пленки покрытия увеличивается и ее жесткость. Прочность при разрыве лаковых пленок, отвержденных отвердителем ГМД, выше, чем у аналогичных лаковых покрытий, отвержденных полиаминоамидом ПО-300.

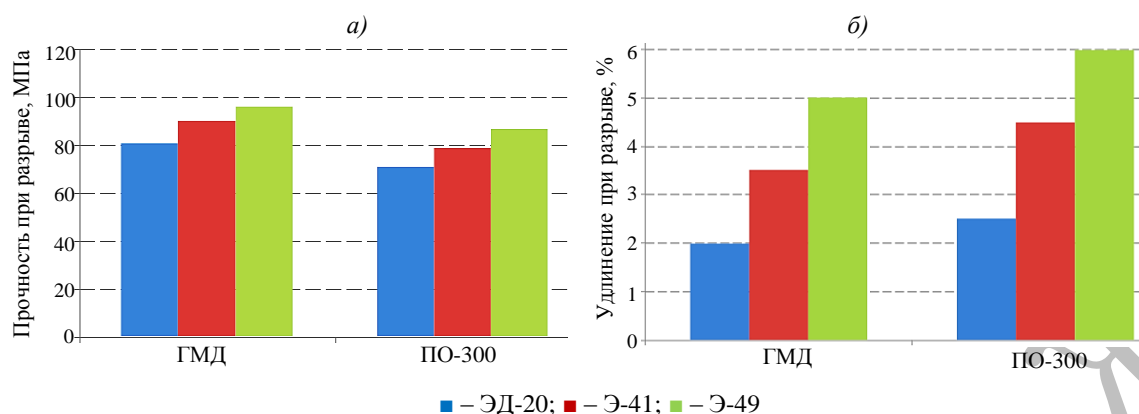


Рис. 4. Влияние молекулярной массы эпоксидного олигомера и отвердителя на прочность (а) и удлинение (б) при разрыве

Эластичность лаковых покрытий, характеризуемая удлинением при разрыве, монотонно возрастает с увеличением молекулярной массы эпоксидного олигомера. Химическое строение отвердителя также оказывает заметное влияние на удлинение при разрыве свободных пленок. Лаковые покрытия, отвержденные полиаминоамидом ПО-300, характеризуются более высокими значениями удлинения при разрыве, чем покрытия, отвержденные отвердителем ГМД. Это связано с тем, что при отверждении эпоксидных олигомеров низкомолекулярным полиамидом образуются структуры с более редкими сетками. За счет этого увеличивается сегментальная подвижность цепей макромолекул, приводящая к повышению эластичности. При отверждении эпоксидных олигомеров отвердителем ГМД образуется более жесткая сетка, поэтому удлинения при разрыве лаковых пленок на основе олигомера Э-49, отвержденных полиаминоамидом ПО-300, на 80% больше, чем у таких же лаковых пленок, отвержденных ГМД. Удлинения при разрыве лаковых пленок на основе эпоксидного олигомера ЭД-20, отвержденных ПО-300, на 52% больше, чем у аналогичных пленок, отвержденных ГМД.

Исследовано также влияние термостарения лаковых покрытий на основе эпоксидных олигомеров с различной молекулярной массой при температуре 150 °С в течение 500 ч на их эрозионную стойкость. Полученные результаты представлены на рис. 5. Видно, что термостарение покрытий также оказывает влияние на их эрозионную стойкость. Зависимость эрозионной стойкости исследуемых эпоксидных лаковых покрытий имеет ярко выраженный нелинейный характер. Наиболее высокие показатели эрозионной стойкости получены на лаковых покрытиях, изготовленных на основе эпоксидного олигомера Э-49, отвержденного низкомолекулярным полиамидом ПО-300. Из представленных на рис. 5 данных также видно, что первоначальное старение эпоксидных покрытий, отверждаемых низкомолекулярным полиамидом и гексаметилендиамином, при температуре 150 °С приводит к увеличению эрозионной стойкости. Это объясняется дальнейшим процессом структурообразования (сшивания) эпоксидной матрицы, а следовательно, возрастанием прочности полимера и, соответственно, эрозионной стойкости полученных на их основе покрытий. При более длительном старении у всех исследуемых покрытий, отверждаемых как ГМД, так и ПО-300, наблюдается тенденция к снижению эрозионной стойкости, особенно сильно это проявляется для случая отверждения ГМД. Это связано с протеканием деструктивных процессов в полимерном покрытии. Эти изменения обусловлены разрывом молекулярных связей при совместном воздействии температуры и кислорода воздуха, усиливающего процесс деструкции полимера (окислительная деструкция). При этом следует отметить, что наряду с деструкцией протекает процесс структурообразования, приводящий к образованию более устойчивых, менее эластичных и более жестких структур [31].

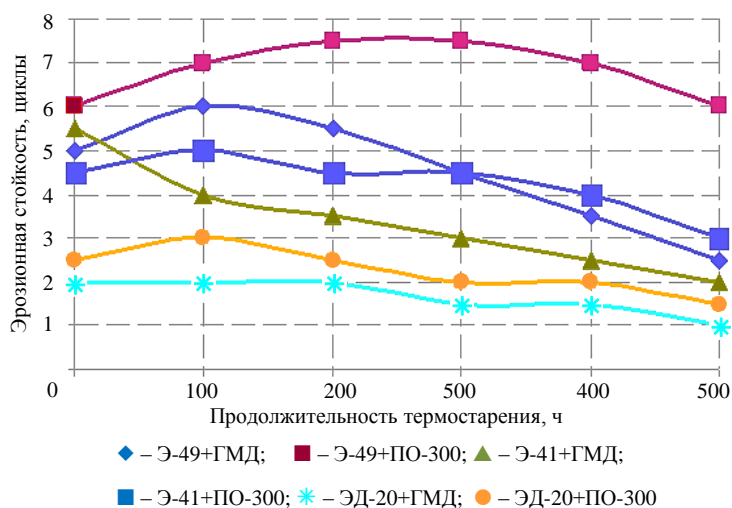


Рис. 5. Кинетика изменения эрозионной стойкости эпоксидных лаковых покрытий при термостарении при температуре 150 °С

В табл. 3 приведены результаты определения физико-механических свойств и эрозионной стойкости в исходном состоянии и после термостарения при температуре 150 °С в течение 500 ч.

Таблица 3

Свойства лаковых покрытий в исходном состоянии и после термостарения

Состав полимерной композиции	В исходном состоянии				После термостарения при 150 °С в течение 500 ч			
	Адгезия, балл	Прочность при ударе, Дж	Эластичность при изгибе, мм	Эрозионная стойкость, циклы	Адгезия, балл	Прочность при ударе, Дж	Эластичность при изгибе, мм	Эрозионная стойкость, циклы
Э-49+ПО-300	1	5	1	6,0	2	5	1	6,0
Э-49+ГМД	1	5	1	5,0	1	5	2	2,5
Э-41+ПО-300	1	5	1	4,5	2	4,5	3	3,0
Э-41+ГМД	1	5	1	3,5	1	4	3	2,0
ЭД-20+ПО-300	1	5	2	2,5	2	4	5	1,5
ЭД-20+ГМД	1	5	3	2,0	1	3	5	1,0

Из результатов, приведенных в табл. 3, видно, что молекулярная масса эпоксидного олигомера, а также использованный для формирования покрытий отвердитель оказывают существенное влияние на адгезию и физико-механические (прочность при ударе, эластичность при изгибе) свойства, эрозионную стойкость и термостойкость. Анализируя полученные результаты, можно сделать следующие выводы:

- молекулярная масса оказывает существенное влияние на свойства лаковых покрытий;
- адгезия лаковых покрытий к поверхности алюминиевого сплава ВД17 с гидropескоструйной подготовкой поверхности в исходном состоянии для всех исследуемых композиций высокая (1 балл). Адгезия практически не зависит от молекулярной массы используемого олигомера, однако после термостарения наблюдается ее снижение для композиций, отвержденных гексаметилендиамином;
- длительное термостарение при температуре 150 °С в течение 500 ч приводит к снижению эксплуатационных свойств лаковых покрытий;
- наиболее высокими физико-механическими свойствами, эрозионной стойкостью и термостойкостью обладают лаковые композиции на основе эпоксидного олигомера Э-49, отвержденного низкомолекулярным полиамидом ПО-300.

Заключения

В ходе выполнения работы исследованы свойства лаковых покрытий на основе эпоксидных олигомеров ЭД-20, Э-41 и Э-49, отвержденных отвердителями аминного типа. Исследована термостойкость, эрозионная стойкость, прочностные и деформационные характеристики, а также физико-механические свойства.

Показано, что потери массы исследуемых полимерных композиций зависят от молекулярной массы эпоксидного олигомера, а также от использованного отвердителя.

Установлено, что на физико-механические свойства и эрозионную стойкость эпоксидных лаковых покрытий существенное влияние оказывает молекулярная масса олигомера и химическая природа отвердителя, используемых для получения покрытий.

С увеличением молекулярной массы используемых для получения покрытий эпоксидных олигомеров происходит повышение эрозионной стойкости и эластичности лаковых покрытий, а также термостойкости покрытий при термостарении при температуре 150 °С.

Наиболее высокими эксплуатационными свойствами (термостойкостью, физико-механическими свойствами, эрозионной стойкостью) обладают лаковые покрытия на основе эпоксидного олигомера Э-49 с молекулярной массой ~2500 а. е. м., отвержденные низкомолекулярным полиамидом ПО-300.

Библиографический список

1. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение: итоги и перспективы // Вестник Российской академии наук. 2002. Т. 72. №1. С. 3–12.
2. Эрозия / под ред. Ю.В. Полежаева. М.: Мир, 1982. 464 с.
3. Железняк В.Г. Современные лакокрасочные материалы для применения в изделиях авиационной техники // Труды ВИАМ. 2019. №5 (77). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.10.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-5-62-67.
4. Каблов Е.Н. Роль химии в создании материалов нового поколения для сложных технических систем // Тез. докл. XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии. Екатеринбург: УрО РАН, 2016. С. 25–26.
5. Проблемы защитных ЛКМ: обзор материалов европейской конференции «Защитные покрытия» («Protective coating») (Дюссельдорф, Германия, 2013) // Лакокрасочные материалы и их применение. 2013. №9. С. 33–35.
6. Павлюк Б.Ф. Основные направления в области разработки полимерных функциональных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2017. №S. С. 388–392. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-388-392.
7. Кондрашов Э.К., Кузнецова В.А., Семенова Л.В., Лебедева Т.А., Малова Н.Е. Развитие авиационных лакокрасочных материалов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2012. №5. С. 49–54.
8. Кузнецова В.А., Шаповалов Г.Г. Тенденции развития в области эрозионностойких покрытий (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. №11 (71). Ст. 09. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-74-85.
9. Кузнецова В.А., Железняк В.Г., Силаева А.А. Влияние механических характеристик грунтово-вочных покрытий на устойчивость систем эрозионностойких дисперсно-армированных покрытий к циклическим механическим нагрузкам // Труды ВИАМ. 2018. №6 (66). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 13.11.20). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-6-59-67.
10. Нефедов Н.И., Кондрашов Э.К., Семенова Л.В., Лебедева Т.А. Эрозионностойкие покрытия для защиты изделий из полимерных композиционных материалов // Авиационные материалы и технологии. 2014. №S3. С. 25–27. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s3-25-27.
11. Семенова Л.В., Нефедов Н.И., Белова М.В., Лаптев А.Б. Системы лакокрасочных покрытий для вертолетной техники // Авиационные материалы и технологии. 2017. №4 (49). С. 56–61. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-4-56-61.

12. 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.
13. Зиновьев В.Е. К вопросу связи адгезии и качества поверхностного слоя субстрата клеевого соединения // *Вестник РГУПС*. 2010. №4. С. 5–9.
14. Яковлев А.Д. *Химия и технология лакокрасочных покрытий*. СПб.: Химиздат, 2008. 448 с.
15. Иванов А.А., Ботвин В.В., Филимошкин А.Г. Адгезионная прочность наполненных полиалюмосиликатов на алюминиевой поверхности // *Журнал прикладной химии*. 2014. Т. 87. №2. С. 158.
16. Иржак В.И., Розенберг Б.А., Ениколопян Н.С. *Сетчатые полимеры (синтез, структура, свойства)*. М.: Наука, 1979. 248 с.
17. Пестов А.В., Пузырев И.С., Мехаев А.В. и др. Модифицирование адгезивных материалов на основе эпоксидных олигомеров фторсодержащими органическими соединениями // *Журнал прикладной химии*. 2014. Т. 87. №4. С. 482.
18. Воюцкий С.С. *Адгезия* // *Энциклопедия полимеров*: в 3 т. М.: Сов. энциклопедия, 1972. Т. 1. С. 22–29.
19. Мошинский Л.Я. *Эпоксидные смолы и отвердители (структура, свойства, химия и топология отверждения)*. Тель-Авив, 1995. 370 с.
20. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1. С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
21. Филичкина В.Н. Современное состояние и тенденции развития производства и потребления эпоксидных смол // *Химическая промышленность за рубежом*. М.: НИИТЭХИМ, 1988. Вып. 8. С. 18.
22. Межиковский С.М. *Физико-химия реакционноспособных олигомеров*. М.: Наука, 1998. 233 с.
23. Лундин А.Е., Остапкович А.М., Юшкова Е.Ю. Кинетика отверждения эпоксидных смол аминами // *Известия вузов. Химия и химическая технология*. 2005. Т. 48. №1. С. 73–75.
24. Кочнова З.А., Жаворонок Е.С., Чалых А.Е. *Эпоксидные смолы и отвердители: промышленные продукты*. М.: Пэйнт медиа, 2006. 200 с.
25. Еселев А.Д., Бобылев В.А. Эпоксидные смолы: вчера, сегодня, завтра // *Лакокрасочная промышленность*. 2009. №9. С. 15–17.
26. Зубкова З.А., Довгополик Т.А., Стецюк М.Ф., Георгица Т.А., Батог Е.А. Модифицированные аминные отвердители эпоксидных смол // *Пластические массы*. 2007. №3. С. 31–33.
27. Катнов В.Е., Степин С.Н. Исследование влияния отвердителя на химическую стойкость и защитные свойства эпоксидных покрытий // *Материалы научной сессии КГТУ (5–9 февр. 2008 г.)*. Казань, 2008. С. 34–35.
28. Скороходова О.Н., Казакова Е.Е. Новые разработки в области защитных ЛКМ // *Лакокрасочная промышленность*. 2017. №5. С. 14.
29. Ламбурн Р., Машляковский Л.Н., Фрост А.М. *Лакокрасочные материалы и покрытия. Теория и практика*. СПб.: Химия, 1991. 512 с.
30. Кузнецова В.А., Кузнецов Г.В., Шаповалов Г.Г. Исследование влияния молекулярной массы эпоксидной смолы на адгезионные, физико-механические свойства и эрозионную стойкость покрытий // *Труды ВИАМ*. 2014. №8. Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 19.11.20). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-8-8-8.
31. Карякина М.И. *Физико-химические основы формирования и старения покрытий*. М.: Химия, 1980. 216 с.

УДК 620.178.35

В.С. Ерасов¹, Е.И. Орешко¹

**ИСПЫТАНИЯ НА УСТАЛОСТЬ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ (обзор)
Часть 2. Анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина. Методики испытаний
и обработки результатов***

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-80-94

Проведен обзор по методикам проведения испытаний и представлены результаты испытаний металлических материалов на усталость. Представлен анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина. Построены деформационные кривые усталости для нескольких марок металлических материалов. Предложена методика программного жесткого нагружения ($R_\epsilon = -1$) с пошаговым увеличением деформации образца и построением поверхности в 3D-пространстве с координатами «lgN– σ – ϵ » и обобщенной диаграммы циклического деформирования.

Ключевые слова: усталостные испытания, выносливость, усталостная трещина, деформация, уравнение Басквина–Мэнсона–Коффина, программное жесткое нагружение, диаграмма циклического деформирования.

V.S. Erasov¹, E.I. Oreshko¹

**TESTS FOR FATIGUE OF METAL MATERIALS (review)
Part 2. Analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation. Methods of testing
and processing of results**

A review of test methods is carried out and results of fatigue tests of metal materials are presented. The analysis of the Basquin–Manson–Coffin equation is presented. Deformation fatigue curves for several brands of metal materials are constructed. The method of program loading ($R_\epsilon = -1$) with step-by-step increase of sample deformation and creation of a surface in 3D-space with coordinates «lgN– σ – ϵ » and the generalized chart of cyclic deformation is proposed.

Keywords: fatigue tests, endurance, fatigue crack, deformation, Basquin–Manson–Coffin equation, program loading, chart of cyclic deformation.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Во второй части обзора рассмотрены особенности испытаний и анализа результатов на многоцикловую усталость. Проведен анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина, связывающего деформационные параметры петли гистерезиса с числом циклов до зарождения магистральной усталостной трещины. Построены деформационные кривые усталости с использованием постоянных величин, полученных для сталей, никелевых, титановых, алюминиевых сплавов и чугуна. Проведено сравнение методик испытаний и обработки результатов. С целью унификации получения усталостных характеристик материалов предложена методика программного жесткого нагружения ($R_\epsilon = \frac{\epsilon_{m\epsilon}}{\epsilon_{min}} = -1$) с пошаговым увеличением деформации образца $\epsilon = F(N)$ и построением поверхности в 3D-пространстве с координатами «lgN– σ – ϵ » и обобщенной диаграммы циклического деформирования $\sigma = F(\epsilon(N))$.

* Часть 1 – см. «Авиационные материалы и технологии», №4 (61), 2020.

Результаты исследований показывают, что усталостные трещины возникают в конструкции при циклическом деформировании в результате исчерпания местной локальной пластической деформации [1–7]. Конструкция и деталь (в отличие от полированного лабораторного образца) может иметь различные поверхностные дефекты материала, что существенно снижает время зарождения трещины вследствие концентрации вокруг этих дефектов напряжений и деформаций [8–16].

При изучении механической усталости ее разделяют на две области: малоцикловую (МЦУ) и многоцикловую (МнЦУ).

Отличительной чертой малоциклового усталости является влияние размера и формы петли механического гистерезиса на долговечность. Усталостное разрушение может быть реализовано следующими способами:

– в результате большой пластической (квазистатической) деформации – малоцикловое квазистатическое разрушение;

– от действия реверсивной упругопластической деформации, когда долго появляется, но быстро развивается до разрушения образца усталостная трещина.

Зарождение магистральной трещины происходит на поверхности и в приповерхностных слоях образца [17–29].

Многоцикловая усталость – это усталость материала, при которой усталостное повреждение происходит в основном при упругом деформировании в макрообъеме материала и пластическом деформировании в отдельном наиболее повреждаемом микрообъеме материала. Долговечность до разрушения составляет 10^7 – 10^8 циклов. Как при растяжении и малоциклового усталости при многоциклового усталости реализуются похожие стадии разрушения: внутризеренная неоднородность порождает неоднородность локальной деформации на микроуровне, в результате происходит образование пор и микротрещин, которые развиваются в макротрещину, рост которой приводит к разрушению материала [30–39].

Условными границами между малоциклового и многоциклового усталостью принято считать $\sim 5 \cdot 10^4$ циклов нагружения и напряжение, равное циклическому пределу текучести.

Особенностью развития пластической деформации и разрушения при многоциклового усталости является их локальность и скорость протекания. Скорость развития пластической деформации существенно ниже скорости при малоциклового усталости, пластическая деформация и разрушение реализуются в условиях объемного напряженно-деформированного состояния. Локальность начала разрушения (условия плоской деформации, подавляющей развитие пластических деформаций) подтверждают фотографии поверхности разрушения с очагом типа «рыбий глаз» («fish eye»), от которого начинает развиваться магистральная трещина. Очаг «рыбий глаз» располагается во внутренних слоях образца (рис. 1). Как правило, он начинается от концентратора напряжения в виде твердого включения: карбида, нитрида, интерметаллида. Его возникновению и развитию активно способствует диффузионно-подвижный водород [40–46].

Экспериментальное исследование повреждаемости (особенно ее начала) в отдельном наиболее повреждаемом микрообъеме материала пока практически невозможно. Наиболее чувствительным фактором изменения структуры материала и появления микродеформаций и микроразрушений является собственная резонансная частота образца [47], однако методики ее измерения в процессе усталостного испытания еще не разработаны. Машины для усталостных испытаний резонансного типа позволяют регистрировать отклонение исходной резонансной частоты силовой цепочки «образец–захваты–тяги», в составе которой наибольшие изменения происходят в рабочей части образца. Результаты исследований [47–49] показывают, что график изменения резонансной частоты силовой цепочки хорошо отражает процесс накопления пластической деформации, момент появления магистральной трещины и ее развитие.

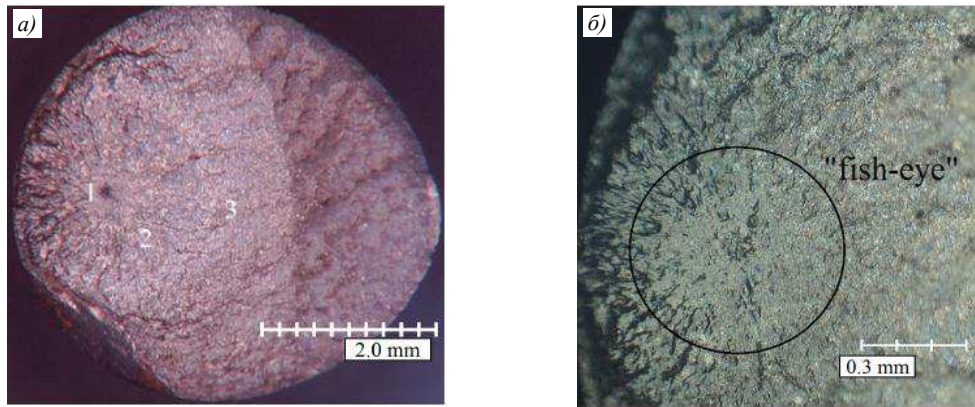


Рис. 1. Очаги разрушения типа «рыбий глаз» при многоциклового усталости («мягкое» нагружение, $R=-1$) образцов из алюминиевого сплава АМг6:

a – амплитуда напряжения цикла $\sigma_a=120$ МПа, $N=782 \cdot 10^6$ циклов; *б* – $\sigma_a=138$ МПа, $N=751 \cdot 10^6$ циклов [40]

Известен метод регистрации начала образования усталостной трещины, основанный на использовании датчиков вихревого тока, которые позволяют фиксировать очаг разрушения. Однако сложности аппаратного решения затрудняют использование данного метода.

Анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина

Результаты испытания на усталость при «жестком» нагружении с коэффициентом асимметрии цикла по деформации $R_\epsilon=-1$ представляются уравнением Басквина–Мэнсона–Коффина [50, 51], связывающим деформационные параметры петли гистерезиса с числом циклов до зарождения магистральной усталостной трещины, при малоциклового усталости, близкой к числу циклов до разрушения,

$$\epsilon_a = \epsilon_y + \epsilon_p = \frac{\sigma'_f}{E} N^b + \epsilon'_f N^c, \quad (1)$$

где ϵ_a – амплитуда полной деформации; ϵ_y – упругая часть амплитуды полной деформации; ϵ_p – пластическая часть амплитуды полной деформации; σ'_f – коэффициент сопротивления усталости; E – модуль упругости; N – число циклов до зарождения магистральной усталостной трещины (при малоциклового усталости близкое к числу циклов до разрушения); b – экспонента усталостной прочности (экспонента Басквина); ϵ'_f – коэффициент усталостной пластичности; c – экспонента усталостной пластичности (экспонента Мэнсона–Коффина).

Схема на рис. 2 представляет деформационные кривые усталости в координатах $\lg \epsilon_a - \lg N$, $\lg \epsilon_y - \lg N$ и $\lg \epsilon_p - \lg N$, иллюстрирующие уравнение (1).

Выделим три характерные точки на координате $\lg N$: $\lg N=0 \rightarrow N_1=1$; $\lg N_2$, когда $\lg \epsilon'_f - c \lg N = \lg \frac{\sigma'_f}{E} - b \lg N \rightarrow \frac{\sigma'_f}{E} N^b = \epsilon'_f N^c$; $\lg N_3$ при $\lg \epsilon_a = \lg \frac{\sigma'_f}{E} - b \lg N$ и $\lg \epsilon'_f - c \lg N = 0 \rightarrow \epsilon'_f N^c = 0$.

При $N_1=1$ из формулы (1) следует, что для пластичного материала – $\epsilon_a \approx \epsilon_p \approx \epsilon'_f$, а для хрупкого материала – $\epsilon_a \approx \epsilon_y \approx \frac{\sigma'_f}{E}$. Особенностью хрупкого разрушения является быстрый рост трещин, который не требует повышающей нагрузки, для их стремительного роста достаточно запасенной упругой энергии образца [52–57].

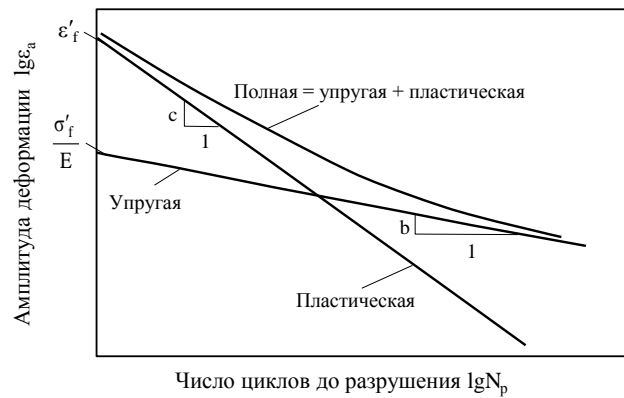


Рис. 2. Схема деформационных кривых усталости в двойных логарифмических координатах, характерная для представления результатов испытания при «жестком» нагружении с коэффициентом асимметрии цикла $R_\epsilon = -1$ и экспериментального определения постоянных величин уравнения (1) [50]

Гистерезисная петля у пластичного материала образуется при значениях напряжения и деформации, близких к предельным значениям при статическом растяжении: $\epsilon_a \approx \epsilon_p \approx \epsilon'_f \approx \epsilon_B$, где ϵ_B – равномерная деформация, $\sigma_a = \sigma_B$ (рис. 3).

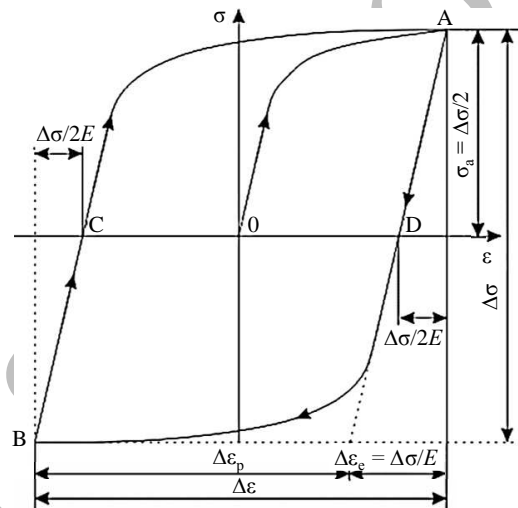


Рис. 3. Петля и параметры упругопластического гистерезиса при симметричном циклическом нагружении пластичного материала

Металлические материалы в состоянии поставки, как правило, на начальной стадии усталостного нагружения упрочняются, а на заключительной стадии – разупрочняются. Открытым остается вопрос о соответствии числа циклов до зарождения магистральной усталостной трещины форме и размерам петли гистерезиса. Критерий формы и размера петли гистерезиса, демонстрирующий образование магистральной трещины, отсутствует. Даже при малоциклового усталости, когда число N близко к числу циклов до разрушения, момент образования магистральной трещины зафиксировать трудно из-за гладкого падения напряжения цикла σ_a (рис. 4).

Экспериментально установлено, что остаточный ресурс работы на стадии развития макротрещины составляет 10–20% от общего жизненного цикла материала N_p [47–49], поэтому интерес представляют петли гистерезиса при $N \leq 0,8N_p$. На практике за показательную петлю принимают циклически стабильную петлю или петлю при $N = 0,5N_p$.

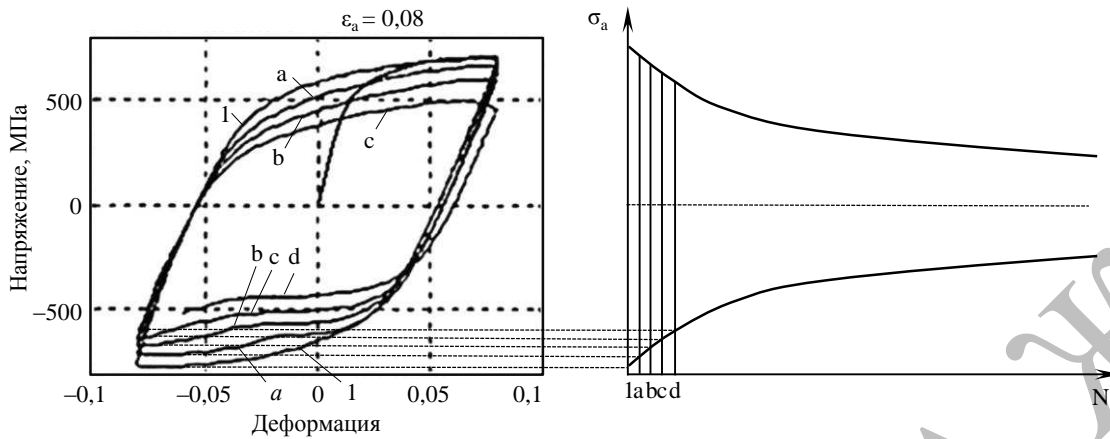


Рис. 4. Петля гистерезиса при «жестком» цикле усталостного испытания на стадии разупрочнения

Уравнение (1) показывает плавное уменьшение деформационных параметров петли гистерезиса с увеличением количества циклов до зарождения магистральной усталостной трещины. Следовательно, $N^b \leq 1$, $N^c \leq 1 \rightarrow b \leq 0$, $c \leq 0$, $|c| > |b|$ из-за большего влияния на усталость знакопеременной пластической деформации.

$$\text{Уравнения } \lg \varepsilon'_f - c \lg N = \lg \frac{\sigma'_f}{E} - b \lg N \text{ и } \frac{\varepsilon'_f E}{\sigma'_f} = N_2^{c-b}, \text{ если принять } \frac{\varepsilon'_f E}{\sigma'_f} \approx 10^2$$

($\varepsilon_p \approx \varepsilon'_f \approx 0,5$ и $\varepsilon_y \approx \frac{\sigma'_f}{E} \approx 5 \cdot 10^{-3}$ – максимальные значения для амплитуды полной деформации ε_a), приводят к $10^2 \approx N_2^{c-b}$ и $N_2 \approx 10^{2/(c-b)}$. В формуле $N_2 \approx 10^{2/(c-b)}$ параметры c и b имеют положительные значения.

Для определения N_3 получаем, что равенство $\varepsilon'_f N^c = 0$ строго выполняется при $\varepsilon'_f = 0$ и $\varepsilon'_f N^c \rightarrow 0$, когда N_3 стремится к бесконечности.

Для определения напряжения, соответствующего значению полной деформации, используют уравнение Рэмберга–Осгуда для представления кривой циклического деформирования (2), аналогичное по строению уравнению Рэмберга–Осгуда для статического деформирования растяжением (3):

$$\varepsilon_a = \varepsilon_y + \varepsilon_p = \frac{\sigma_a}{E} + \left(\frac{\sigma_a}{K'} \right)^{1/n'}; \quad (2)$$

$$\varepsilon = \varepsilon_y + \varepsilon_p = \frac{\sigma}{E} + 0,002 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0,2}} \right)^n, \quad (3)$$

где ε_a – амплитуда полной деформации; ε_y – упругая часть амплитуды полной деформации в уравнении (2) или упругая деформация в уравнении (3); ε_p – пластическая часть амплитуды полной деформации в уравнении (2) или пластическая деформация в уравнении (3); σ_a – напряжение, вызванное ε_a ; E – модуль упругости; K' – коэффициент циклической прочности; n' – коэффициент циклического деформационного упрочнения; ε – полная деформация при растяжении; σ – напряжение при растяжении; $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести; n – коэффициент упрочнения.

При симметричном циклическом «жестком» деформировании из уравнений (1) и (2) оценим параметры σ'_f , ε'_f , b и c . Приняв $N_1=1$, получим $\sigma'_f = K'(\varepsilon'_f)^{n'} = \sigma_a = \sigma_B$. Петля гистерезиса на цикле N подчиняется зависимостям (4) и (5):

$$\varepsilon_{aN} = \varepsilon_{yN} + \varepsilon_{pN} = \frac{\sigma_{aN}}{E} + \left(\frac{\sigma_{aN}}{K'} \right)^{1/n'}; \quad (4)$$

$$\varepsilon_{aN} = \varepsilon_{yN} + \varepsilon_{pN} = \frac{\sigma_f}{E} N^b + \varepsilon'_f N^c, \quad (5)$$

из которых получаем равенство $b=cn'$, если допустить независимость постоянных величин K' и n' от количества циклов нагружения. С учетом того, что $b \leq 0$, $c \leq 0$, $|c| > |b|$, получим $0 \leq n' \leq 1$. Постоянную b можно определить по методике, представленной на рис. 2, или c помощью стабильной (показательной) гистерезисной петли на цикле нагружения N из равенства $b = (\lg \sigma_{aN} - \lg \sigma'_f) / \lg N$. Постоянную величину c также определяют по методике, представленной на рис. 2, или c помощью стабильной гистерезисной петли на цикле нагружения N из равенства $c = (\lg \sigma_{aN} - \lg K' - n' \lg \varepsilon'_f) / n' \lg N$.

Экспериментальные средние значения σ'_f , ε'_f , b и c , полученные при циклическом нагружении большого количества образцов из металлических сплавов (стали; алюминиевые, титановые и никелевые сплавы; чугуны), приведены в табл. 1 [50, 51]. Эти значения соответствуют амплитуде напряжения σ_a , при которой долговечность образцов равнялась 10^3 циклов.

Таблица 1

Экспериментальные средние значения постоянных величин деформационных кривых сопротивления усталости

Материал	Значения постоянных величин						
	σ_a	σ'_f	σ_B , МПа	ε'_f	b	c	$E \cdot 10^{-5}$, МПа
Стали	$0,76\sigma_B$	$1,5\sigma_B$	1000	0,45	-0,09	-0,59	2,05
Алюминиевые сплавы	$0,82\sigma_B$	$1,9\sigma_B$	440	0,28	-0,11	-0,66	0,71
Титановые сплавы	$0,89\sigma_B$	$1,9\sigma_B$	1100	0,50	-0,10	-0,69	1,08
Никелевые сплавы	$0,76\sigma_B$	$1,4\sigma_B$	1000	0,15	-0,08	-0,59	2,11
Чугуны	$0,65\sigma_B$	$1,2\sigma_B$	700	0,04	-0,08	-0,52	1,40

Анализ значений параметров уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина, представленных в табл. 1, показывает, что значения коэффициента сопротивления усталости σ'_f завышены. Теоретически, при «жестком» нагружении $\sigma'_f = \sigma_a = \sigma_B$. Значение коэффициента усталостной пластичности ε'_f логично растет с увеличением пластичности материалов. Экспоненты усталостной прочности b и усталостной пластичности c достаточно стабильны. Значение $N_2 \approx 10^{2/(c-b)} \approx 10^4$ при $\frac{\varepsilon'_f E}{\sigma'_f} = N_2^{c-b}$ близко к значению $\sim 5 \cdot 10^4$ циклов, т. е. к значению на границе между малоцикловогой и многоцикловогой усталостью.

Знание постоянных величин деформационных кривых усталости позволяет:

- построить деформационные кривые сопротивления усталости без проведения длительных циклических испытаний;
- прогнозировать характеристики сопротивления усталости на больших базах при малом числе циклов нагружения;
- проводить экспресс-оценку влияния технологических и эксплуатационных факторов на характеристики сопротивления усталости.

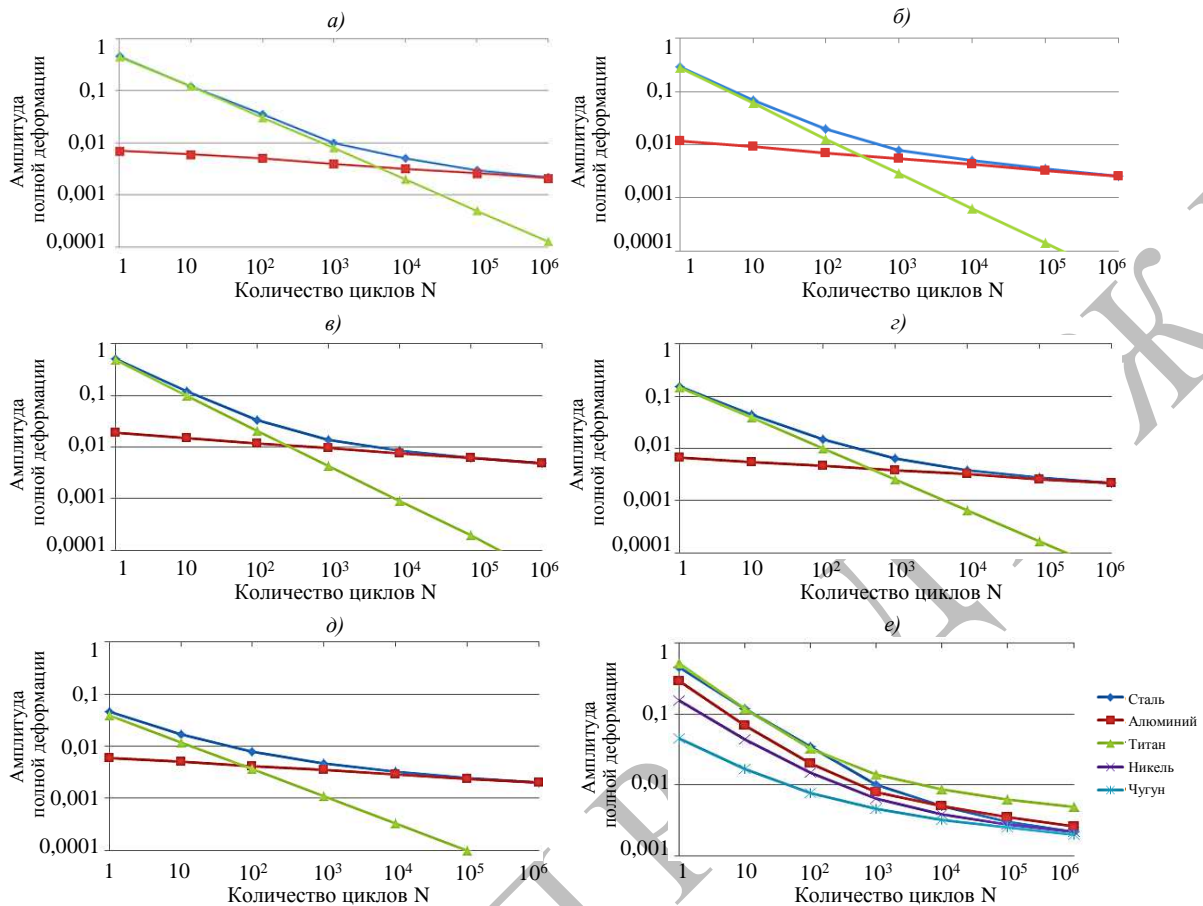


Рис. 5. Деформационные кривые сопротивления усталости металлических материалов в двойных логарифмических координатах (обозначения кривых на *a–d* – см. рис. 2) для стали (*a*); алюминиевых (*б*), титановых (*в*) и никелевых сплавов (*з*); чугунов (*д*), а также графики зависимости амплитуды полной деформации (*е*)

Деформационные кривые сопротивления усталости с использованием постоянных величин, представленных в табл. 1, показаны на рис. 5. В порядке уменьшения значений сопротивления усталости исследованные сплавы располагаются в ряд: титановые сплавы, стали, алюминиевые сплавы, никелевые сплавы, чугуны. Наибольшее сопротивление усталости оказывают сплавы с высокими значениями коэффициента усталостной пластичности ε'_f , т. е. способные к пластическому деформированию.

Методики испытаний и обработки результатов

Методики проведения и обработки результатов усталостных испытаний при «жестком» нагружении наиболее полно представлены в стандартах [58–61]. Стандарты содержат следующие основные разделы: «Образцы», «Характеристики оборудования», «Проведение испытаний», «Методология». В стандартах приведены чертежи образцов с круглым или прямоугольным сечением. С учетом высокой чувствительности характеристик сопротивления усталости к концентрации напряжений, предпочтение следует отдавать образцам с круглым сечением, в которых отсутствует концентрация напряжений за счет геометрической формы поперечного сечения образца. Необходимость регистрации петли гистерезиса при испытаниях на МЦУ диктует применение гладких образцов (без концентраторов напряжений). Для исключения потери устойчивости при

сжатию рекомендуется применять образцы с укороченной, по сравнению со стандартными образцами на растяжение, рабочей базой [62–64]. Эскизы образцов для испытания на усталость при «жестком» нагружении в соответствии со стандартом [60] представлены на рис. 6. Внешний вид образца для таких испытаний в авиационной промышленности России приведен на рис. 7.

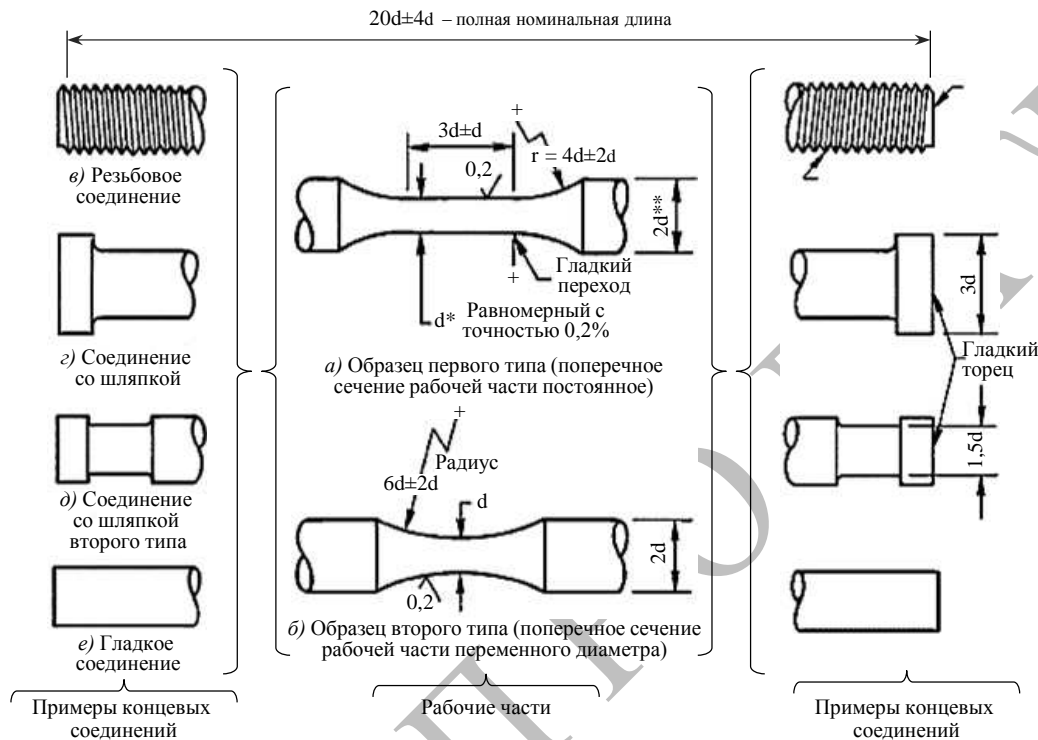


Рис. 6. Образцы, рекомендуемые для проведения испытаний на малоцикловую усталость в стандарте [60]

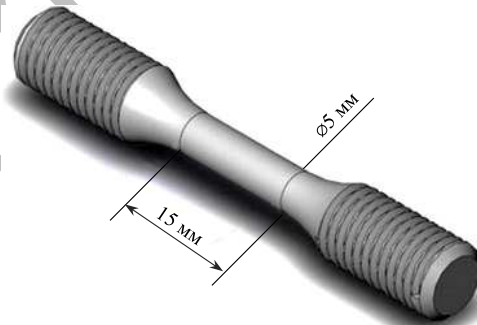


Рис. 7. Образец для испытания на усталость при «жестком» нагружении, используемый в авиационной промышленности России

Его отличает меньший размер диаметра рабочей части $\varnothing 5,0$ мм, в стандарте [60] минимальный диаметр равен 6,35 мм. Следует обратить внимание на высокие требования, предъявляемые к состоянию поверхности рабочей части образца.

В приложении к стандарту [60] приведен пример технологии финальной механической обработки поверхности рабочей части образца, при которой требуется полировка поверхности только в направлении вдоль оси образца с давлением, исключая появление в поверхностных слоях образца значительных остаточных напряжений.

Рекомендуется проводить подготовку поверхности образца таким образом, чтобы минимизировать влияние данного фактора на значение усталостной выносливости серии испытываемых образцов. Процедура подготовки образца должна быть четко и подробно задокументирована. Рекомендуется также определить и зарегистрировать остаточные поверхностные напряжения и их вид по крайней мере для одного образца из серии. Образцы из материала, подверженного коррозии во влажной атмосфере при комнатной температуре, должны быть помещены в защищающую их упаковку на период хранения сразу после проведения процедуры подготовки. Метод хранения должен быть подробно задокументирован. Для получения кривой сопротивления усталости рекомендуется проведение испытаний не менее десяти образцов.

В разделе «Характеристики оборудования» приведены требования, которым должны соответствовать испытательные машины и приспособления для измерения деформации непосредственно на рабочей базе образца. В табл. 2 представлены значения допускаемых погрешностей измерения деформации и нагрузки [64], которые показывают, что испытательные машины и приспособления для измерения деформации и контроля соосности образца оси нагружения являются наиболее совершенными из современной испытательной техники. Предпочтительным является использование машин с высоким уровнем осевой жесткости. Они должны обладать специальными подгружаемыми захватами, исключающими появление зазоров в захватных частях образца при его испытании на усталость растяжением-сжатием. Усилие поджима должно быть в 2 раза больше максимальной ожидаемой нагрузки сжатия в ходе испытания во избежание люфтов. Машины должны иметь программируемое выравнивающее устройство для сведения к минимуму деформаций изгиба образца. Компьютерное управление испытательной машиной должно обеспечивать выполнение цикла в пределах заданной деформации. При задании верхнего и нижнего пределов деформации, разница значений пределов в течение всего испытания не должна превышать 1% от значений заданных пределов.

Таблица 2

Допускаемые погрешности измерения деформации и нагрузки

Стандарт	Допускаемые пределы отклонения параметров испытания, %	
	по деформации	по нагрузке
ГОСТ 25.502-79 [58]	±3	±(2-5)
ASTM E606/E606M-19 [60]	±1	±1
ASTM E466-15 [65]	–	±2

Разделы «Проведение испытаний» и «Методология» наиболее подробно представлены в стандарте [60]. Следует отметить высокое качество этого стандарта, являющегося руководством к проведению всесторонней научно-исследовательской работы, включающей фрактографические исследования разрушенных образцов. Методики обработки полученных результатов испытаний приведены в стандартах [65, 66].

Скорость деформирования при комнатной температуре должна быть не менее 10^{-3} с^{-1} , т. е. для образца с базой 25 мм составлять $\geq 1,5 \text{ мм/мин}$. Верхний предел скорости деформирования ограничен требованием, чтобы являющийся следствием этого нагрев образца не превышал $50 \text{ }^\circ\text{C}$ [58]. Предпочтительно использование пилообразного или синусоидального цикла деформирования. Форма цикла должна быть неизменной на протяжении всего испытания.

Предложены следующие критерии завершения испытания.

– *Разрушение* – полное разделение образца на две части в некоторой области рабочей части образца; место разрушения должно быть зафиксировано.

– *Отношение модулей* – для любого числа циклов N в течение цикла модуль разгрузки, следующего за пиком растягивающего напряжения, определяется как E_{NT} , а модуль нагружения, следующего за пиком сжимающего напряжения, определяется как E_{NC} (рис. 8). Критерий разрушения в этом случае имеет вид:

$$Q_N = E_{NT}/E_{NC}; \quad (6)$$

$$Q_{Nf} = 0,5Q_1, \quad (7)$$

где Q_1 – величина коэффициента для первого цикла; N_f – количество циклов до разрушения.

– *Микрорастрескивание* – присутствие микротрещин на поверхности, размер которых превышает заданную ранее величину, зависящую от целей испытания.

– *Снижение исходного напряжения растяжения* – в данном случае разрушение определяют как неспособность образца выдерживать растягивающее напряжение. Считается, что разрушение имеет место в момент, когда уровень максимального напряжения снижается на ~50% вследствие наличия трещин или растрескивания (рис. 4).

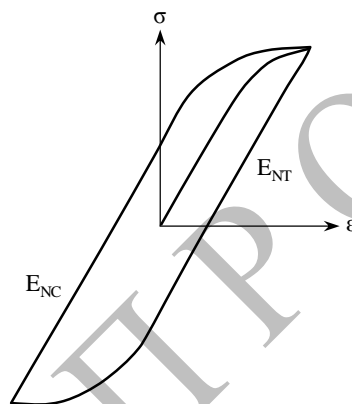


Рис. 8. Определения модулей E_{NT} и E_{NC} для определения разрушения

Кривую циклического деформирования строят по значениям величины напряжения и деформации на середине жизненного цикла материала или при стабилизации петли гистерезиса.

Кривую сопротивления усталости «полная деформация–количество циклов по каждому критерию завершения испытания» представляют в двойных логарифмических координатах.

После разрушения рекомендуется проводить металлографическое исследование разрушенных образцов и фрактографическое исследование обеих поверхностей разлома на предмет выявления необычных причин разрушения, которые могут поставить под сомнение результаты испытаний.

Благодаря контролю основного усталостного повреждающего материала фактора – знакопеременной пластической деформации – испытание при «жестком» цикле нагружения с коэффициентом асимметрии цикла по деформации $R_\epsilon = -1$ можно использовать в качестве основного испытания при исследовании усталости металлических материалов. Интересным для исследования процесса усталости может быть использование программного «жесткого» нагружения с пошаговым увеличением в каждом новом цикле деформации образца. Как в работах [67, 68], можно использовать преимущества программного «жесткого» нагружения с пошаговым увеличением деформации образца, например на $10^{-2}\%$, для сокращения времени испытаний и количества образцов. На рис. 9 приведена схема представления результатов такого испытания в трехмерной системе координат « $\lg N - \sigma - \epsilon$ » [69–71].

Для построения трехмерных диаграмм деформирования по результатам усталостных испытаний необходимо получить массив данных по параметрам: напряжение, деформация, количество циклов нагружения. Полученный массив данных загружается в программу ANSYS Mechanical APDL, который позволяет построить практически любую точную геометрическую форму, используя удобный графический интерфейс пользователя или параметрический язык проектирования APDL [72–79].

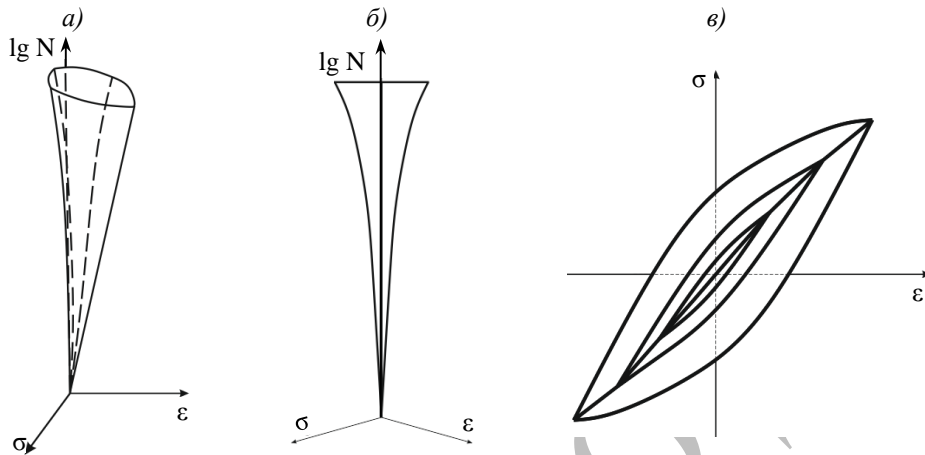


Рис. 9. Трехмерная модель представления результатов испытания на усталость при «жестком» нагружении с пошаговым увеличением в каждом новом цикле деформации образца: *a* – вид в изометрии; *б* – вид по направлению 45 градусов к осям σ и ϵ ; *в* – вид сверху

Проекции петель гистерезиса на плоскость σ – ϵ наглядно представляют изменения диаграмм циклического нагружения с увеличением деформации образца. Построенная поверхность усталости в сочетании с обобщенной диаграммой циклического деформирования $\sigma=F(\epsilon(N))$ представляют способность материала сопротивляться усталостному нагружению на каждом цикле, выделять участки стабильного состояния, упрочнения и разупрочнения. Их можно использовать в качестве своеобразной диаграммы растяжения с целью унификации характеристик сопротивления усталости материалов.

Представляет интерес поиск с помощью уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина и уравнения Рэмберга–Осгуда зависимостей между характеристиками сопротивления усталости, определяемыми при «жестком» и «мягком» нагружении, так как при эксплуатации многие конструкции подвержены постоянным нагрузкам, т. е. работают в условиях «мягкого» цикла нагружения.

Заключения

Анализ уравнения Басквина–Мэнсона–Коффина показывает, что значения коэффициента сопротивления усталости завышены. Знание постоянных величин деформационных кривых сопротивления усталости позволяет построить эти кривые без проведения длительных циклических испытаний, прогнозировать характеристики сопротивления усталости на больших базах при малом числе циклов нагружения, а также проводить экспресс-оценку влияния технологических и эксплуатационных факторов на характеристики сопротивления усталости.

Предложено строить диаграммы циклического деформирования в трехмерной системе координат « $\lg N$ – σ – ϵ ». Поверхность усталости в сочетании с обобщенной диаграммой циклического деформирования $\sigma=F(\epsilon(N))$ представляют способность материала сопротивляться усталостному нагружению на каждом цикле, выделять участки

стабильного состояния, упрочнения и разупрочнения. Их можно использовать в качестве своеобразной диаграммы растяжения с целью унификации характеристик сопротивления усталости материалов.

Результаты исследований, приведенные в данном обзоре, показывают, что усталость металлических материалов – явление многофакторное. Повышение характеристик сопротивления усталости возможно только при рациональном сочетании мер конструктивных и собственно металлургических, поэтому актуальным является развитие методик испытаний образцов для оценки способности конструкционного материала сопротивляться усталости. Перспективной для разработки такого метода может быть предложенная методика испытания на усталость с использованием программного «жесткого» нагружения с пошаговым увеличением деформации образца.

Другим направлением является исследование сопротивления усталости образцов с конструкционными концентраторами напряжений в условиях, имитирующих условия эксплуатации.

Библиографический список

1. Yang Y., Zhang W., Yongming L. Existence and insufficiency of the crack closure for fatigue crack growth analysis // *International Journal of Fatigue*. 2014. Vol. 62. P. 144–153.
2. Большухин М.А., Зверев Д.Л., Кайдалов В.Б. и др. Оценка долговечности конструкционных материалов при совместных процессах малоциклового и многоциклового усталости // *Проблемы прочности и пластичности*. 2010. Вып. 72. С. 28–35.
3. Sander M., Richard H.A. Fatigue crack growth under variable amplitude loading. Part I: experimental investigations // *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 2006. No. 29. P. 291–301.
4. Коллеров М.Ю., Гусев Д.Е., Шаронов А.А., Гуртовой С.И. Циклическая долговечность имплантатов из сплава на основе никелида титана // *Металлы*. 2009. №6. С. 85–92.
5. Potter J.M. The effect of load interaction and sequence on the fatigue behavior of notched coupons // *Cyclic stress-strain behavior – analysis, experimental, and failure prediction*. ASTM International, 1973. P. 109–132.
6. Furuya Y., Hirukawa H., Takeuchi E. Gigacycle fatigue in high strength steels // *Science and Technology of Advanced Materials*. 2019. Vol. 20 (1). P. 643–656.
7. Райхер В.Л. Усталостная повреждаемость. М.: Изд-во МАТИ, 2006. 238 с.
8. Suneung A., Mendel M.B. Fatigue life model for crack propagation under variable-amplitude load // *Mechanics Research Communications*. 1995. Vol. 22 (1). P. 95–101.
9. Трощенко В.Т. Деформирование и разрушение металлов при многоциклоном нагружении. Киев: Наукова думка, 1981. 344 с.
10. Нешпор Г.С., Кудряшов В.Г., Микляев П.Г. Влияние условий нагружения на распространение усталостных трещин в листовых образцах из сплава Д16Т // *Проблемы прочности*. 1972. №8. С. 66–68.
11. Трощенко В.Т., Сосновский Л.А. Сопротивление усталости металлов и сплавов: справочник: в 2 ч. Киев: Наукова думка, 1987. Ч. 1. 347 с.
12. Трощенко В.Т., Сосновский Л.А. Сопротивление усталости металлов и сплавов: справочник: в 2 ч. Киев: Наукова думка, 1987. Ч. 2. 832 с.
13. Schijve J. Fatigue crack closure: Observations and technical significance // *Mechanics of Fatigue Crack Closure*. ASTM International, 1988. P. 5–35.
14. Elber W. The significance of fatigue crack closure // *Damage tolerance in aircraft structures*. ASTM International, 1971. P. 230–242.
15. Емельянов О.В., Лядецкий И.А. Определение характеристик сопротивления стали развитию трещин при циклическом изменении нагрузки // *Строительные материалы и изделия: межвуз. сб. науч. тр. Магнитогорск: МГТУ, 2002. С. 300–308.*
16. Савкин А.Н., Бадиков К.А., Седов А.А. Фрактографический анализ продвижения усталостных трещин при регулярном циклическом нагружении с перегрузками в алюминиевом сплаве 2024-T3 // *Известия ВолгГТУ. Сер.: Проблемы материаловедения, сварки и прочности в машиностроении*. 2018. №3 (213). С. 94–101.

17. Вахромеев А.М. Определение циклической долговечности материалов и конструкций транспортных средств: метод. указания. М.: МАДИ, 2015. 64 с.
18. Штремель М.А. О единстве в многообразных процессах усталости // Деформация и разрушение материалов. 2011. №6. С. 1–12.
19. Терентьев В.Ф. Полная кривая усталости металлов и сплавов // Технология металлов. 2004. №6. С. 12–16.
20. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
21. Бузник В.М., Каблов Е.Н., Кошурина А.А. Материалы для сложных технических устройств арктического применения // Научно-технические проблемы освоения Арктики. М.: Наука, 2015. С. 275–285.
22. Каблов Е.Н. Контроль качества материалов – гарантия безопасности эксплуатации авиационной техники // Авиационные материалы и технологии. 2001. №1. С. 3–8.
23. Гриневич А.В., Луценко А.Н., Каримова С.А. Исследование остаточной усталостной долговечности алюминиевого сплава В95пчТ1 после экспозиции в различных условиях // Вопросы материаловедения. 2013. №2 (74). С. 118–122.
24. Орлов М.Р., Морозова Л.В., Терехин А.М., Наприенко С.А., Автаев В.В. Исследование влияния химико-термической обработки на сопротивление многоциклового усталости стали 20Х3МВФ в условиях асимметричного цикла нагружения // Деформация и разрушение материалов. 2015. №12. С. 18–24.
25. Гриневич А.В., Луценко А.Н., Каримова С.А. Долговечность изделий и коррозионная усталость конструкционных материалов // Вопросы материаловедения. 2013. №1 (73). С. 220–229.
26. Терентьев В.Ф., Кораблева С.А. Усталость металлов. М.: Наука, 2015. 484 с.
27. Терентьев В.Ф., Петухов А.Н. Усталость высокопрочных металлических материалов. М.: ИМЕТ РАН–ЦИАМ, 2013. 515 с.
28. Терентьев В.Ф. Усталость металлических материалов. М.: Наука, 2003. 254 с.
29. Гурьев А.В., Митин В.Я. Особенности развития локальных микронеоднородных деформаций и накопление усталостных повреждений в углеродистых сталях // Проблемы прочности. 1978. №11. С. 19–23.
30. Вейбул В. Усталостные испытания и анализ их результатов. М.: Машиностроение, 1964. 275 с.
31. Школьник Л.М. Методика усталостных испытаний: справочник. М.: Металлургия, 1978. 304 с.
32. Бойцов Г.В. О взаимосвязи стадии зарождения и кинетики развития усталостного разрушения // Механика разрушения, надежность и техническая диагностика тонкостенных конструкций: межвуз. сб. Н. Новгород: Изд-во НГТУ им. Р.Е. Алексеева, 1996. С. 9–16.
33. Ибатуллин И.Д. Кинетика усталостной повреждаемости и разрушения поверхностных слоев: монография. Самара: СГТУ, 2008. 387 с.
34. Расчетные значения характеристик авиационных металлических конструкционных материалов: авиационный справочник. М.: ОАК–ЦАГИ, 2013. 302 с.
35. Белов В.К., Рудзей Г.Ф., Калюта А.А. Повышение усталостной долговечности заклепочных и сварных соединений авиационных конструкций технологическими методами. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2006. 180 с.
36. Коллеров М.Ю., Ильин А.А., Гусев Д.Е., Ламзин Д.А. Влияние механизмов деформации на усталостные свойства металлических материалов // Металлы. 2008. №5. С. 72–79.
37. Романов А.Н. Проблемы материаловедения в механике деформирования и разрушения на стадии образования трещин. Часть 14. Связь статических и циклических свойств конструкционных материалов // Вестник научно-технического развития. 2017. №4 (116). С. 31–43.
38. Махутов Н.А. Малоцикловая усталость // Машиностроение: энциклопедия: в 40 т. М.: Машиностроение, 2010. Т. II-1: Физико-механические свойства. Испытания металлических материалов. С. 217–285.
39. Трошенко В.Т., Хамаза Л.А. Усталость и неупругость металлов // Proceedings of XIII International Colloquium «Mechanical fatigue of metals». 2006. No. 6. P. 9–22.
40. Билалов Д.А., Оборин В.А., Наймарк О.Б. Влияние интерметаллидных включений на образование подповерхностных трещин в сплаве АМг6 при гигацикловой усталости // Letters on Materials. 2020. Vol. 10 (2). P. 206–210. DOI: 10.22226/2410-3535-2020-2-206-210.

41. Банников М.В., Банникова И.А., Уваров С.В., Наймарк О.Б. Аномалия упругих свойств металлов при гигацикловом нагружении металлов и кинетика развития поврежденности // Вестник Пермского университета. Сер.: Физика. 2017. №4 (38). С. 63–70. DOI: 10.17072/1994-3598-2017-4-63-70.
42. Банников М.В., Оборин В.А., Наймарк О.Б. Исследование стадийности разрушения титановых сплавов в режиме много- и гигацикловой усталости на основе морфологии поверхности разрушения // Вестник ПНИПУ. Сер.: Механика. 2015. №3. С. 15–24. DOI: 10.15593/perm.mech/2015.3.02.
43. Гриневиц А.В., Румянцев Ю.С., Морозова Л.В., Терехин А.Л. Исследование усталостной долговечности алюминиевых сплавов 1163-Т и В950.ч.-Т2 после поверхностного упрочнения // Авиационные материалы и технологии. 2014. №S4. С. 93–102. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-s4-93-102.
44. Антипов А.А., Горохов А.Н., Горохов В.А., Казаков Д.А., Капустин С.А. Экспериментально-теоретическое исследование усталости материалов и конструкций в условиях высокотемпературных многоцикловых нагружений // Проблемы прочности и пластичности. 2014. Вып. 76 (1). С. 26–38.
45. Петухов А.Н. Об особенностях возникновения и развития усталостных трещин в деталях ГТД // Авиационно-космическая техника и технология. 2005. №9 (25). С. 56–62.
46. Прохоров А.Е., Плехов О.А. Экспериментальное исследование процесса разрушения стали 40Х13Т в режиме гигацикловой усталости // Природные ресурсы Арктики и Субарктики. 2018. Т. 26. №4. С. 125–132. DOI: 10.31242/2618-9712-2018-26-4-125-132.
47. Ерасов В.С., Нужный Г.А., Гриневиц А.В. Об оценке повреждаемости металлических материалов методами механических испытаний // Деформация и разрушение материалов. 2015. №3. С. 42–47.
48. Ерасов В.С., Рудаков А.Г., Нужный Г.А., Гриневиц А.В., Терехин А.Л. Образование магистральной трещины в процессе испытания на усталость // Сб. докл. конф. «Фундаментальные исследования в области защиты от коррозии, старения, биоповреждений материалов и конструкций в различных климатических условиях и природных средах, с целью обеспечения безопасной эксплуатации сложных технических систем». М.: ВИАМ, 2013. С. 10–13.
49. Ерасов В.С., Нужный Г.А., Гриневиц А.В., Терехин А.Л. Трещиностойкость авиационных материалов в процессе испытания на усталость // Труды ВИАМ. 2013. №10. Ст. 06. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 25.07.2020).
50. Трошенко В.Т., Хамаза Л.А. Деформационные кривые усталости сталей и методы определения их параметров. Сообщение 1. Традиционные методы // Проблемы прочности. 2010. №6. С. 26–43.
51. Трошенко В.Т. Рассеянное усталостное повреждение металлов и сплавов. Сообщение 3. Деформационные и энергетические критерии // Проблемы прочности. 2006. №1. С. 5–31.
52. Ерасов В.С., Орешко Е.И., Луценко А.Н. Площадь свободной поверхности как критерий хрупкого разрушения // Авиационные материалы и технологии. 2017. №2 (47). С. 69–79. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-69-79.
53. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Силовой, деформационный и энергетический критерии разрушения // Труды ВИАМ. 2017. №10 (58). Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 23.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-11-11.
54. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Причины зависимости механических характеристик трещиностойкости материала от размеров образца // Авиационные материалы и технологии. 2018. №3 (52). С. 56–64. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-3-56-64.
55. Подживотов Н.Ю., Ерасов В.С., Орешко Е.И. О методах оценки статической прочности материалов, полученных с помощью аддитивных технологических процессов // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2017. №10. С. 54–59.
56. Ерасов В.С., Орешко Е.И., Луценко А.Н. Образование новых поверхностей в твердом теле на стадиях упругой и пластической деформаций, начала и развития разрушений // Труды ВИАМ. 2018. №2 (62). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 04.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-12-12.
57. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Коэффициент Пуассона и пуассонова сила // Авиационные материалы и технологии. 2018. №4 (53). С. 79–86. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-4-79-86.

58. ГОСТ 25.502–79. Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость. М.: Стандартиформ, 2005. 25 с.
59. ГОСТ 25.504–82. Расчеты и испытания на прочность. Методы расчета характеристик сопротивления усталости. М.: Стандартиформ, 1988. 132 с.
60. ASTM E606/E606M-19. Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing. American Society for Testing and Materials, 2018. 16 p.
61. ISO 12106:2017. Metallic materials – Fatigue testing – Axial-strain-controlled method. ICS 77.040.10 Mechanical testing of metals. 2017. 38 p.
62. Серенсен С.В., Когаев В.П., Шнейдерович Р.М. Несущая способность и расчет деталей машин на прочность: руководство и справочное пособие. М.: Машиностроение, 1975. 488 с.
63. Махутов Н.А. Деформационные критерии разрушения и расчет элементов конструкций на прочность. М.: Машиностроение, 1981. 272 с.
64. Беляев М.С., Хвацкий К.К., Горбовец М.А. Сравнительный анализ российского и зарубежных стандартов испытаний на усталость металлов // Труды ВИАМ. 2014. №9 (11). Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 23.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-9-11-11.
65. ASTM E466-15. Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials. American Society for Testing and Materials, 2015. 6 p.
66. ASTM E739-10. Standard Practice for Statistical Analysis of Linear or Linearized Stress-Life (S-N) and Strain-Life (ϵ -N) Fatigue Data. American Society for Testing and Materials, 2015. 7 p.
67. Ерасов В.С., Автаев В.В., Орешко Е.И., Яковлев Н.О. Преимущества «жесткого» нагружения при испытаниях на статическое и повторно-статическое растяжение // Труды ВИАМ. 2018. №9 (69). Ст. 10. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 23.08.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-92-104.
68. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Кратковременная ползучесть при мягком и жестком нагружении // Материаловедение. 2019. №6 (267). С. 11–17.
69. Петушков В.Г. Применение взрыва в сварочной технике. Киев: Наукова думка, 2005. С. 85–86.
70. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Крылов В.Д. Построение трехмерных диаграмм деформирования для анализа механического поведения материала, испытанного при различных скоростях нагружения // Авиационные материалы и технологии. 2018. №2 (51). С. 59–66. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-59-66.
71. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Ястребов А.С. Прогнозирование прочностных и деформационных характеристик материалов при испытаниях на растяжение и ползучесть // Материаловедение. 2019. №2. С. 3–8.
72. Вальгер С.А., Федоров А.В., Федорова Н.Н. Моделирование несжимаемых турбулентных течений в окрестности плохобтекаемых тел с использованием ПК ANSYS // Вычислительные технологии. 2013. Т. 18. №5. С. 27–40.
73. Мишин В.А., Маклаков С.Ф. Моделирование распределения напряжений при наличии концентраторов с использованием ANSYS // Труды Ростовского государственного университета путей сообщения. 2019. №4. С. 81–84.
74. Черпаков А.В., Шиляева О.В., Зеньковский И.А. и др. Параметрическое моделирование плиты перекрытия в комплексе ANSYS // Инженерный вестник Дона. 2019. №7 (58). С. 40.
75. Усманова Р.Р. Анализ контактных напряжений зубчатого зацепления в программном комплексе ANSYS // Научные технологии в машиностроении: материалы Всерос. науч.-практ. конф. Уфа, 2020. С. 207–211.
76. Ефрюшин С.В., Юрьев В.В. Математическое моделирование несущей способности железобетонных конструкций при пожаре с применением ПК ANSYS Mechanical // Строительная механика и конструкции. 2020. Т. 2. №25. С. 78–85.
77. Кожанов Д.А., Любимов А.К. Моделирование гибких тканых композитов в системе ANSYS Mechanical APDL // Компьютерные исследования и моделирование. 2018. Т. 10. №6. С. 789–799.
78. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Луценко А.Н. Критические напряжения потери устойчивости в гибридных слоистых пластинах // Материаловедение. 2016. №11. С. 17–21.
79. Орешко Е.И., Ерасов В.С. Численные исследования устойчивости пластин с шарнирно закрепленными поперечными кромками // Деформация и разрушение материалов. 2018. №6. С. 7–11.

УДК 620.193

М.Г. Абрамова¹**К ВОПРОСУ О ПОДТВЕРЖДЕНИИ ИДЕНТИЧНОСТИ МЕХАНИЗМА
КОРРОЗИОННОГО РАЗРУШЕНИЯ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ (обзор)
Часть 2. Коррозия в морской воде***

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-95-103

Представлен обзор исследований механизмов коррозионного разрушения алюминиевых сплавов в морской воде. Рассмотрены основные факторы, оказывающие наибольшее воздействие на коррозию: физико-химические параметры, глубина расположения объектов испытаний, а также роль биообрастания.

Установлено, что параметр видового состава обрастателей является важным фактором коррозии металлов в морской воде и должен учитываться при идентификации механизма коррозионного разрушения при испытаниях в различных условиях.

Ключевые слова: *коррозия, натурные морские испытания, испытания в морской воде.*

M.G. Abramova¹**REVISITING THE CONFIRMATION OF THE IDENTITY
OF THE CORROSION DESTRUCTION MECHANISM
OF ALUMINUM ALLOYS (review)
Part 2. Corrosion in sea water**

The paper presents an overview of studies of the corrosion destruction mechanisms of aluminum alloys in seawater. The main factors that have the greatest impact on corrosion are considered: physical and chemical parameters, the depth of the test objects, as well as the role of biofouling.

It has been determined that the parameter of the species composition of the fouling organisms is an important factor in the corrosion of metals in seawater and should be taken into account when identifying the mechanism of corrosion destruction during tests under various conditions.

Keywords: corrosion, full-scale marine tests, tests in sea water.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Согласно Стратегии развития морской портовой инфраструктуры России до 2030 года [1], основой экономической, транспортно-логистической и общественной эффективности работы российских портов является качественная модернизация и повышение конкурентоспособности услуг морской портовой инфраструктуры. Приказом Минтранса РФ от 12.05.2005 №45 «Об утверждении Транспортной стратегии Российской Федерации на период до 2020 года» [2] утверждены положения о развитии морского транспорта, необходимые для достижения геополитических, экономических и социальных целей. Для выполнения поставленных задач необходимы разработка и внедрение новых материалов и систем защиты с улучшенными свойствами (в первую очередь – более экологичные материалы и защитные покрытия), что, в свою очередь,

* Часть 1 – см. «Авиационные материалы и технологии», №4 (61), 2020.

требует разработки методов экспресс-оценки коррозионной стойкости материалов к воздействию внешней среды, необходимых для подтверждения сохраняемости их свойств на длительный период эксплуатации [3–7].

Морская вода является одной из наиболее распространенных и наиболее агрессивных коррозионных сред. Под «морской средой» понимают совокупность физических условий – от насыщенного мельчайшей водяной пылью морского воздуха до ила на дне океана [8]. Таким образом, к экспозиции в морской среде правомерно относить не только испытания при непосредственном контакте с морской водой, но также в условиях открытой атмосферы на станциях берегового типа [9].

Разработка новых методик коррозионных испытаний для подтверждения сохраняемости свойств материалов на длительный период эксплуатации требует доказанной возможности их применения для прогнозирования поведения материала в реальных условиях, основой которого является подтверждение соответствия (идентификация) механизма коррозионного разрушения при испытаниях и эксплуатации изделий в естественных условиях [10].

Вторая часть данной статьи посвящена аналитическому обзору коррозионного разрушения и поиску методов исследования механизма коррозии алюминиевых сплавов в морской воде.

Параметры морской воды, оказывающие влияние на коррозию металлов

Морская вода является сложной коррозионной средой, содержащей неорганические примеси – растворы солей, растворенные газы и органические примеси – бактерии, микроводоросли, растительные остатки и живые организмы, что накладывает дополнительные сложности при имитации коррозионного разрушения.

Согласно работе [8], факторы, влияющие на коррозию металлов в морской воде, разделяют на химические (растворенные газы, кислород, диоксид углерода, соленость, химическое равновесие, pH среды, растворимость карбонатов), физические (скорость, температура и давление воды, наличие в ней пузырьков воздуха и взвешенного ила), а также биологические (обрастание, наличие организмов с твердыми раковинами, особенности жизнедеятельности растений и животных, поглощение/выделение CO_2 , O_2 и др.).

Концентрация минеральных солей в зависимости от морского региона может колебаться от 0,2 (Балтийское море) до 4,1% (Красное море). Солевой состав океанской воды состоит в основном из NaCl (77,8%) и MgCl_2 (10,9%), общее содержание остальных солей не превышает 5% [11].

Наличие загрязнений в морской воде (в частности, сероводорода) приводит к значительному увеличению коррозии стали [12]. Важным аспектом проведения натуральных морских испытаний является глубина расположения объекта исследования, так как физико-химические параметры морской воды (температура, pH, растворенный кислород) и ее биологическая составляющая изменяются по мере погружения. К наиболее важным параметрам, оказывающим непосредственное влияние на коррозию металлов в морской воде, относится концентрация растворенного кислорода [13], которая в значительной степени определяет состав морской экосистемы. Концентрация растворенного кислорода обратно пропорциональна содержанию в морской воде солей. Повышение температуры воды также снижает величину растворимости кислорода [11].

Следует отметить сложность контроля параметров морской воды [14], в связи с чем актуальным является вопрос о необходимости установления единых требований к измерениям параметров морской воды: перечня обязательных для контроля параметров на станциях морского типа, требований к аппаратному комплексу и точности измерений.

Проведение испытаний в морской среде

Несмотря на большой объем регламентирующих документов в части защиты металлических корпусов кораблей и судов от коррозии и обрастания [15–17], вопрос об обеспечении нормативной документацией в части установления требований к проведению испытаний в морской среде в нашей стране актуален. Приведенный в работе [18] анализ существующих методов исследования, отраженных в отечественных и зарубежных стандартах, позволил сделать заключение о необходимости разработки комплекса нормативной документации, а также специализированного унифицированного оборудования для проведения натуральных морских испытаний материалов, предназначенных для изделий судостроения и портовой инфраструктуры.

В зависимости от степени воздействия морской среды коррозионное поведение материалов может изменяться в достаточно широком диапазоне, поэтому, изучая стойкость материала к воздействию морской среды, необходимо четко определять условия экспозиции – будь то зоны полного погружения или ватерлинии, зоны брызг или атмосфера.

Агрессивность испытаний *в атмосфере* приморского климата определяется скоростью осаждения хлорид-ионов, которая главным образом зависит от ветрового режима, а именно частоты, продолжительности и силы воздействия ветров морских направлений [19].

При испытаниях *в зоне брызг* поверхность материала подвергается смачиванию хорошо аэрированной водой, при этом обрастания не происходит. При частом воздействии штормов разрушение материала или защитного покрытия также может быть вызвано ударным волновым воздействием. Повышенная агрессивность зоны брызг для ряда материалов обусловлена содержащимися в брызгах пузырьками воздуха, оказывающими мощное деструктурирующее воздействие на защитные пленки и покрытия.

Условия экспозиции *в зоне ватерлинии* (приливно-отливной зоне или зоне переменного смачивания) характеризуются частым попеременным воздействием аэрированной морской воды и воздуха, что обуславливает высокие скорости развития процессов коррозии. Экспозиция в зоне ватерлинии также сопровождается интенсивным биообрастанием, которое, в зависимости от испытываемого материала, может быть как ускорителем, так и замедлителем процессов коррозионного разрушения. Большой опыт эксплуатации конструкций из металлических материалов, не полностью погруженных в морскую воду, показал, что наибольшая скорость коррозии характерна именно для этой зоны, при этом интенсивность коррозионного воздействия определяется волновым режимом, т. е. частотой смачивания поверхности [11, 18, 20].

Экспозиция в условиях постоянного *полного погружения* в морскую воду по агрессивности коррозионного воздействия может быть разделена на ряд подкатегорий в зависимости от глубины проведения испытаний и концентрации содержащегося в толще воды растворенного кислорода. Отдельной подгруппой испытаний в морской воде является выдержка в зоне ила, коррозионная активность которой зависит от физических, химических и биологических свойств донных отложений [8, 21].

Для защиты подводной части корпусов судов в настоящее время наиболее часто применяется электрохимическая защита двух типов в зависимости от функционального назначения судна и предполагаемых условий эксплуатации: катодная и протекторная [22, 23], поэтому для моделирования поведения материалов в естественной морской воде наиболее часто используют электрохимические методы, позволяющие получить данные о потенциале коррозии, токе скорости коррозии, токе пассивности и потенциале питтинговой коррозии [24–27]. Широко применяемыми методами оценки коррозионного поведения материалов являются потенциодинамические поляризационные исследования и электрохимическая импедансная спектроскопия [28]. Преимущество

электрохимических методов исследований состоит в возможности быстрого получения сравнительных данных по коррозионной активности различных материалов, а также выявления склонности к локальным видам коррозии (чаще – питтинговой). В частности, в работе [28] исследования с применением импедансной спектроскопии позволили оценить защитное воздействие различных ингибирующих составов применительно к алюминиевому сплаву, применяемому в обшивке корпуса судна.

Ввиду широкого применения для защиты от коррозии в морской воде ингибирующих составов, большой объем работ посвящен исследованиям их защитной способности в зависимости от состава, основное внимание при разработке которого уделяется повышению экологических характеристик, и материала-подложки [29, 30].

Помимо электрохимических методов исследования, в зависимости от целей испытаний, в качестве ускоренных могут быть применены методы вибрационного воздействия с целью имитации кавитационного изнашивания [31, 32], а также испытания в движущейся морской воде [33–36] и при эрозионном износе в турбулентном потоке [37].

Роль биообрастания

Коррозионное разрушение металлов в морской воде неизменно сопряжено с воздействием биопленки микроорганизмов [38], которая может оказывать как ускоряющий, так и тормозящий коррозионные процессы эффект.

Начальной стадией развития процессов коррозионного разрушения алюминиевых сплавов служит пробой защитной пассивной пленки, возникающий при отсутствии доступа кислорода, необходимого для ее формирования. Если в условиях воздействия атмосферных факторов нарушение доступа кислорода к поверхности материала происходит вследствие образования растворимых соединений с хлором, вызывающих развитие локальной коррозии, то в морской среде ограничение доступа кислорода к поверхности материала вызывают биопленки микроорганизмов, поглощающие кислород в процессе своей жизнедеятельности.

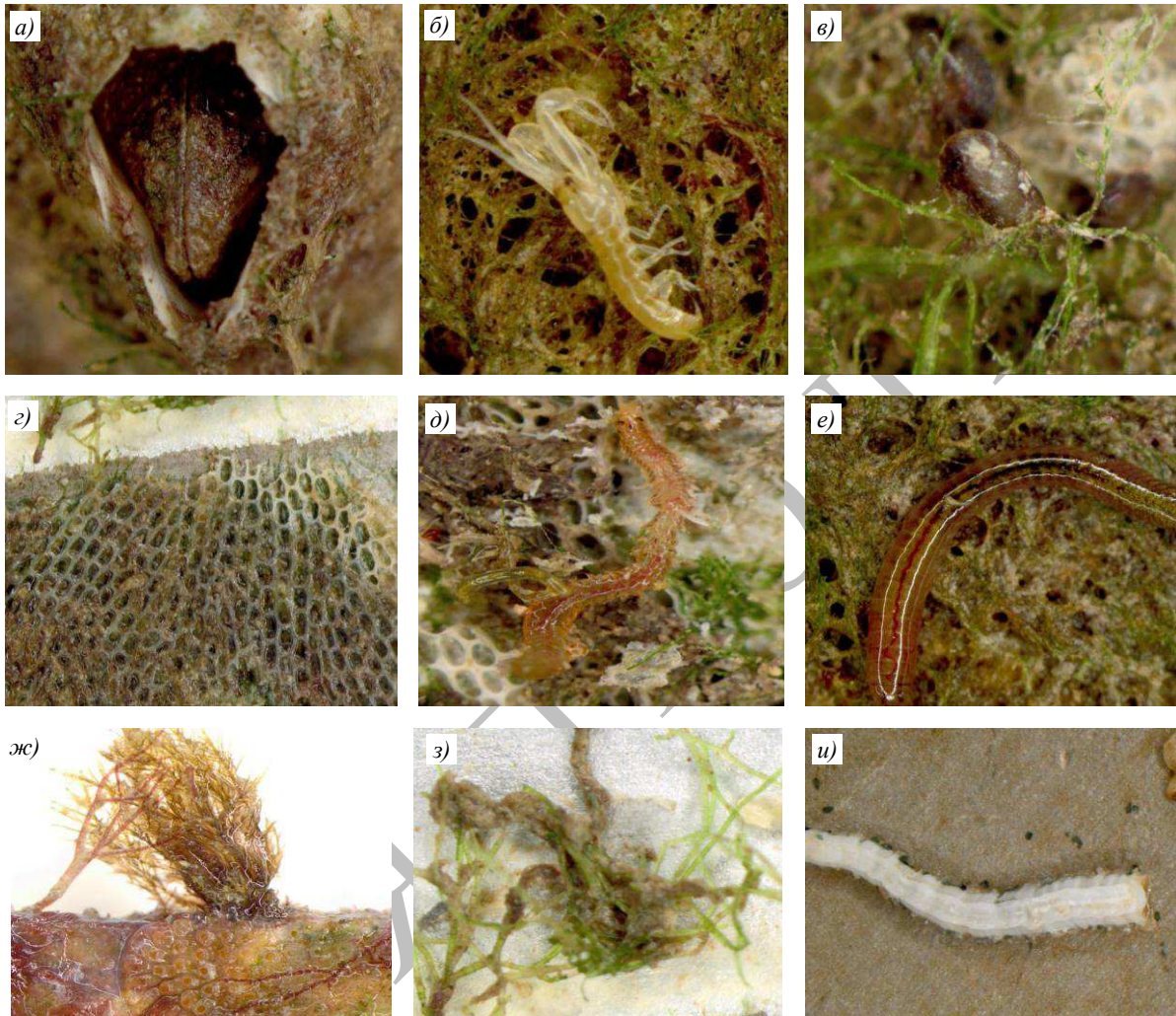
Адгезированные на поверхности материалов аэробные бактерии в результате своей жизнедеятельности выделяют органические кислоты и тем самым значительно повышают коррозионную агрессивность среды. Образование под биопленкой колоний анаэробных сульфатвосстанавливающих бактерий, вырабатывающих биогенный сероводород, вызывает интенсивное разрушение металлов.

На интенсивность коррозии металлов в морской воде обрастание поверхности морскими организмами влияет по-разному. В работах [39–43] показано, что на разрушение металлов обрастание не оказывает особо заметного влияния, чаще ингибируя коррозионные процессы (вследствие снижения содержания кислорода и кроющего действия обрастателей), однако коррозия при биообрастании может и усиливаться при наличии сульфатвосстанавливающих бактерий [44]. В работе [45] приведены результаты исследований, показывающие негативное воздействие бактерий *Pseudomonas aeruginosa*, вызывающих ускорение процессов коррозии углеродистой стали в 1,6 раза по сравнению с результатами испытаний в стерильной морской воде.

Многолетние исследования процессов микро- и макрообрастания ряда металлических материалов в морской воде показали, что коррозия металлической поверхности изначально инициируется первичным бактериальным сообществом [43, 46–48]. Разрушение пассивной пленки на металле более интенсивно в естественной морской воде по сравнению с искусственной морской водой, что связано с активностью микроорганизмов в биопленке, образующейся в первые часы экспозиции именно в естественной морской воде и препятствующей доступу кислорода для восстановления пассивной пленки.

По результатам проведенных исследований, в работе [38] установлена прямая зависимость между значениями активности микроорганизмов и скоростью коррозии алюминиевого сплава (активность определялась методом мультисубстратного тестирования).

Приведенные в работе [48] результаты исследований биологического обрастания образцов из алюминиевого сплава показывают различие видового разнообразия обрастателей при натуральных испытаниях в различных условиях экспозиции в Геленджикской бухте, включающего зообентосные и фитобентосные организмы (см. рисунок).



Обрастатели, выделенные с образцов, экспонирующихся в акватории Геленджикской бухты: а – *Balanus improvises*; б – рачки отряда Amphipoda; в – *Mytilus galloprovincialis*; г – мшанки (тип Bryozoa); д, е – представители семейства Nereidae; ж – *Gelidium* sp.; з – *Cladophora* sp.; и – известковые домики представителей семейства Serpulidae

Отмечается, что наличие тех или иных обрастателей является показателем чистоты морской воды. Так, представители *Balanus improvises* представляют собой биофильтр, в связи с чем получают наибольшее распространение в загрязненных водах. В работе [18] показано, что бентосные организмы при закреплении на поверхности образцов алюминиевых сплавов могут вызывать разрушение пассивной пленки и питтингообразование.

Аналогично, в работе [49] по результатам испытаний в трех зонах залива Маннар (Индия) получены различные результаты по степени и видовому составу обрастателей в зависимости от конкретных условий экспозиции, отличающихся друг от друга степенью загрязнения. Наибольшие скорости коррозии, также как в работе [48], получены на образцах, экспонировавшихся в условиях открытого моря.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что качественные и количественные показатели биообращения важны для процессов коррозионного разрушения металлоконструкций в морской воде и должны быть учтены при исследовании механизма их коррозионного разрушения. Учет этого фактора является одним из самых трудновоспроизводимых процессов при разработке ускоренных методов испытаний в морской воде, в то время как воспроизведение физико-химических параметров в лабораторных условиях не представляет сложности, однако параметр биофактора воспроизвести лабораторным методом не представляется возможным. Поэтому для проведения испытаний в морской воде в лабораторных условиях наиболее правильным является использование морской воды, забранной из естественной акватории.

Критерии подтверждения идентичности механизма коррозионного разрушения алюминиевых сплавов в морской воде

Разработка ускоренных методов испытаний с целью имитации работы материала в тех или иных условиях воздействия морской воды (в том числе с наложением факторов кавитационного и эрозионного воздействия, а также при испытаниях в движущейся морской воде) может проводиться при условии использования в качестве рабочей среды морской воды, забранной из естественной акватории. Соблюдение этих условий при разработке новых методов испытаний с целью прогнозирования поведения материалов в реальных условиях эксплуатации необходимо для учета биологической составляющей экспозиции в морской воде, при которой механизм коррозионного разрушения на начальном этапе основывается на разрушении пассивной пленки в результате поглощения кислорода биообрастателями.

В дополнение к приведенному в первой части данной работы [10] перечню критериев установления соответствия механизмов коррозии алюминиевых сплавов при различных методах испытаний, включающему кинетику развития параметров коррозионного разрушения, установление соответствия склонности к одним и тем же видам коррозии, соответствие характера коррозионного разрушения и морфологии поверхности, соответствие ранжирования различных материалов при проведении сравнительных испытаний, для испытаний в морской воде следует добавить фактор соответствия видового состава обрастателей, жизнедеятельность которых во многом предопределяет характер и степень дальнейшего коррозионного разрушения.

Комплексный подход к оценке соответствия механизма коррозионного разрушения согласно вышеперечисленным критериям позволит разрабатывать методы ускоренных коррозионных испытаний алюминиевых сплавов, наилучшим образом соответствующих реальным условиям эксплуатации в морской среде с идентичным механизмом коррозионного разрушения.

Библиографический список

1. Стратегия развития морской портовой инфраструктуры России до 2030 года. URL: <http://sudact.ru/law/strategiia-razvitiia-morskoi-portovoi-infrastruktury-rossii-do/iv/4.3/> (дата обращения: 01.07.2020).
2. Приказ Минтранса РФ от 12.05.2005 №45 «Об утверждении Транспортной стратегии Российской Федерации на период до 2020 года». URL: <http://sudact.ru/law/prikaz-mintransa-rf-ot-12052005-n-45/transportnaia-strategiia-rossiiskoi-federatsii-na/razdel-3/3.4/> (дата обращения: 01.07.2020).
3. Абрамова М.Г., Луценко А.Н., Варченко Е.А. Об особенностях подтверждения соответствия климатической стойкости материалов авиационного назначения на всех этапах жизненного цикла (обзор) // Авиационные материалы и технологии. 2020. №1 (58). С. 86–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-1-86-94.

4. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
5. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения – основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // *Интеллект и технологии*. 2016. №2 (14). С. 16–21.
6. Каблов Е.Н., Подживотов Н.Ю., Луценко А.Н. О необходимости создания единого информационно-аналитического центра авиационных материалов РФ // *Проблемы машиностроения и автоматизации*. 2019. №3. С. 28–32.
7. Карпов В.А. Биокоррозия в морской среде и основы применения защитных покрытий: автореф. дис. ... д-ра техн. наук. М.: ИПЭЭ РАН, 2012. 47 с.
8. Шумахер М. Морская коррозия: справочник. М.: Металлургия, 1983. 512 с.
9. ГОСТ 9.906–83. ЕСЗКС. Станции климатические испытательные. Общие требования. М.: Изд-во стандартов, 1983. 36 с.
10. Абрамова М.Г. К вопросу о подтверждении идентичности механизма коррозионного разрушения алюминиевых сплавов (обзор). Часть 1. Атмосферная коррозия // *Авиационные материалы и технологии*. 2020. №4 (61). С. 86–94. DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-4-86-94.
11. Богорад И.Я., Искра Е.В., Климова В.А., Кузьмин Ю.Л. Коррозия и защита морских судов. Л.: Судостроение, 1973. 392 с.
12. Качество поверхностных вод Российской Федерации. Информация о наиболее загрязненных водных объектах Российской Федерации: приложение к ежегоднику / Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды. Ростов н/Д, 2016. 150 с.
13. Полонский А.Б., Свищев С.В. Сезонные и междесятилетние изменения концентрации кислорода в поверхностных водных массах Черного моря // *Системы контроля окружающей среды*. 2014. №20. С. 153–156.
14. Breaker L.C., Gilhousen D.B., Burroughs L.D. Preliminary Results from Long-Term Measurements of Atmospheric Moisture in the Marine Boundary Layer in the Gulf of Mexico // *Journal of Atmospheric and Oceanic Technology*. 1998. Vol. 15. P. 661–676.
15. РД 31.28.10–97. Комплексные методы защиты судовых конструкций от коррозии. М.: Стандартиформ, 1998. 37 с.
16. Руководство по защите корпусов надводных кораблей ВМФ от коррозии и обрастания. М.: Воен. изд-во, 2002. 350 с.
17. ГОСТ 9.056–75. Стальные корпуса кораблей и судов. Общие требования к электрохимической защите при долговременном стояночном режиме. URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200015017> (дата обращения: 03.07.2020).
18. Варченко Е.А., Курс М.Г. Натурные испытания металлических материалов в морской воде: ключевые подходы к оценке стойкости к коррозии и биоповреждению // *Труды ВИАМ*. 2017. №11 (59). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 15.04.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-12-12.
19. Абрамова М.Г., Панченко Ю.М., Ветрова Е.Ю., Ненашева Т.А. Коррозионная агрессивность атмосферы в различных климатических районах РФ // *Коррозия: материалы, защита*. 2020. №3. С. 12–22. DOI: 10.31044/1813-7016-2020-0-3-12-22.
20. Альхименко А.А., Колюшев И.Е., Харьков А.А., Шапошников Н.О., Цветков А.С. Коррозионная стойкость стальных свайных опор в морской воде // *Коррозия: материалы, защита*. 2020. №2. С. 16–20. DOI: 10.31044/1813-7016-2020-0-2-16-20.
21. Wang X., Duan J., Li Y., Zhang J., Ma S., Hou B. Corrosion of steel structures in sea-bed sediment // *Bulletin of Materials Science*. 2005. Vol. 28. P. 81–85.
22. Белов О.А. Современное состояние организации комплексной защиты металлических корпусов кораблей и судов от коррозии // *Труды НГТУ им. П.Е. Алексеева*. 2017. №3 (118). С. 115–120.
23. Чернов Б.Б., Ву В.М., Нугманов А.М., Фирсова Л.Ю. Формирование солевых отложений на стальной поверхности при катодной защите инженерных сооружений в морской воде // *Морские интеллектуальные технологии*. 2018. №4–5 (42). С. 120–124.

24. Vera R., Vinciguerra F., Bagnara M. Comparative Study of the Behavior of API 5L-X65 Grade Steel and ASTM A53-B Grade Steel against Corrosion in Seawater // *Corrosion Science*. 2015. Vol. 10. P. 6187–6198.
25. Zhao M., Liu M., Song G., Atrens A. Influence of pH and chloride ion concentration on the corrosion of Mg alloy ZE41 // *Corrosion Science*. 2008. Vol. 50. P. 3168–3178.
26. Marlaud T., Malki B., Deschamps A., Baroux B. Electrochemical aspects of exfoliation corrosion of aluminium alloys: The effects of heat treatment // *Corrosion Science*. 2011. Vol. 53. P. 1394–1400.
27. Szklarska-Smialowska Z. Pitting corrosion of aluminum // *Corrosion Science*. 1999. Vol. 41. P. 1743–1767.
28. Wan Nik W.B., Sulaiman O., Fadhli A., Rosliza R. Corrosion behaviour of aluminum alloy in seawater // *Proceedings of MARTEC 2010 The International Conference on Marine Technology*. Dhaka, 2010. P. 175–180.
29. Broddy S., Sudhakar K.V. Corrosion Inhibition: Investigation of Lanolin Coating on the Corrosion Characteristics of Low Carbon Steel in Simulated Sea Water // *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*. 2017. Vol. 53. P. 1125–1130.
30. Xavier J.R., Nallaiyan R. Corrosion inhibitive properties and electrochemical adsorption behaviour of some piperidine derivatives on brass in natural sea water // *Journal of Solid State Electrochemistry*. 2012. Vol. 16. P. 391–402.
31. Цветков Ю.Н., Горбаченко Е.О. Особенности изменения профиля поверхности алюминиевых бронз при кавитационном изнашивании в морской воде // *Вестник Государственного университета морского и речного флота им. адмирала С.О. Макарова*. 2018. Т. 10. №5. С. 1004–1014. DOI: 10.21821/2309-5180-2018-10-5-1004-1014.
32. Зубрилов С.П., Растрьгин Н.В. Исследование процесса кавитации и возможности снижения эрозионного износа // *Вестник Государственного университета морского и речного флота имени адмирала С.О. Макарова*. 2019. Т. 11. №4. С. 705–717. DOI: 10.21821/2309-5180-2019-11-4-705-717.
33. Люблинский Е.Я. Коррозия и защита судов: справочник. Л.: Судостроение, 1987. 376 с.
34. Сорокин А.И. Исследование процесса разрушения алюминиевого сплава от контактной коррозии в высокоскоростном потоке морской воды // *Вісник СевНТУ*. 2012. Сер.: Механіка, енергетика, екологія. Вип. 132. С. 135–141.
35. Подгорный Ю.И., Сорокин А.И. Коррозионно-эрозионная стойкость и электрохимическое поведение некоторых судостроительных сплавов в быстродвижущейся морской воде // *Состояние и перспективы создания и внедрения коррозионностойких материалов, средств и методов противокоррозионной защиты судов: тез. докл. Второго науч.-техн. совещания*. Л., 1982. С. 53–55.
36. Ваганов А.М. Проектирование скоростных судов. Л.: Судостроение, 1978. 279 с.
37. Rashidi A.M., Paknezhad M., Moshrefi-Torbati M., Walsh F.C. Erosion–corrosion synergism in an alumina/sea water nanofluid // *Microfluidics and Nanofluidics*. 2014. Vol. 17. P. 225–232.
38. Карпов В.А., Ковальчук Ю.Л., Беленева И.А., Петросян В.Г. Исследование коррозии металлов в тропических морских водах // *Новости материаловедения. Наука и техника*. 2016. №6 (24). Ст. 3. URL: <http://www.materialsnews.ru> (дата обращения: 06.07.2020).
39. Heitz E., Flemming H.C., Sand W. *Microbially Influenced Corrosion of Materials*. Springer, 1996. 475 p.
40. Compere C., Le Bozec N. Behaviour of stainless steel in natural seawater // *The First Stainless Steel Congress in Thailand*. Bangkok, 1997. URL: <https://archimer.ifremer.fr/doc/00089/19989/17653.pdf> (дата обращения: 06.07.2020).
41. Yang D., Liu J., Xiaoxue E., Jiang L. Experimental study of composition and influence factors on fouling of stainless steel and copper in seawater // *Annals of Nuclear Energy*. 2016. Vol. 94. P. 767–772.
42. Al-Muhanna K., Habib K. Marine bio-fouling of different alloys exposed to continuous flowing fresh seawater by electrochemical impedance spectroscopy // *Journal of Saudi Chemical Society*. 2016. Vol. 20. Is. 4. P. 391–396.

43. Mansfeld F., Little B. Microbiologically influenced corrosion of copper-based materials exposed to natural seawater // *Electrochimica Acta*. 1992. Vol. 37. Is. 12. P. 2291–2297.
44. Михеев А.И. Влияние обрастания и низких температур на безопасную эксплуатацию судов // *Водный транспорт*. 2013. №3 (18). С. 056–061.
45. Hamzah E., Hussain M.F., Ibrahim Z., Abdolahi A. Corrosion Behaviour of Carbon Steel in Sea Water Medium in Presence of *P. aeruginosa* Bacteria // *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2014. Vol. 39. P. 6863–6870.
46. Коряков М.Д., Филоненко Н.Ю., Каплин Ю.М. Исследование коррозии высоколегированных сталей в морской воде под баянусами // *Защита металлов*. 1995. Т. 31. №2. С. 219–221.
47. Каплин Ю.М., Корякова М.Д., Никитин В.М., Супонина А.П. Механизм коррозии стали под основанием баянуса // *Защита металлов*. 1998. Т. 34. №1. С. 89–93.
48. Варченко Е.А., Ветрова Е.Ю. Исследование биологической и коррозионной стойкости образцов алюминиевого сплава после натурных испытаний в Геленджикской бухте. Часть 1 // *Труды ВИАМ*. 2020. №6–7 (89). Ст. 10. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 29.07.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-67-91-100.
49. Subramanian G., Palanichamy S. Influence of fouling assemblage on the corrosion behaviour of mild steel in the coastal waters of the Gulf of Mannar, India // *Journal of Marine Science and Application*. 2013. Vol. 12. P. 500–509.

УДК 620.165.79

Е.И. Орешко¹, В.С. Ерасов¹, Н.О. Яковлев¹, Д.А. Уткин¹

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ С ПОМОЩЬЮ ИНДЕНТИРОВАНИЯ (обзор)

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-104-118

Рассмотрены основные методы определения твердости материалов. Представлены основные формулы расчета механических характеристик материалов по значениям твердости. Проведен анализ методов расчета диаграмм растяжения материалов по диаграммам вдавливания. Рассмотрены подходы к построению конечно-элементной модели индентирования материалов. Показана необходимость доработки существующих стандартов и развития расчетных методов с подробным описанием методик пересчета диаграмм индентирования в механические характеристики материалов.

Ключевые слова: твердость, механические свойства, индентирование, напряжения, деформация, расчет, диаграмма деформирования.

E.I. Oreshko¹, V.S. Erasov¹, N.O. Yakovlev¹, D.A. Utkin¹

METHODS FOR DETERMINING THE MECHANICAL CHARACTERISTICS OF MATERIALS USING INDENTATION (review)

The paper considers the main methods for determining the hardness of materials. The basic formulas for calculating the mechanical characteristics of materials by hardness values are presented. The analysis of methods for calculating tensile diagrams of materials by indentation diagrams is carried out. Approaches to building a finite element model of material indentation are considered. The paper shows the need to improve existing standards and develop computational methods with a detailed description of techniques for recalculating indentation diagrams into mechanical characteristics of materials.

Keywords: hardness, mechanical properties, indentation, stresses, deformation, calculation, stress-strain diagram.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

В процессе создания конструкций оценивают физико-механические характеристики конструкционных материалов [1–5]. Быстро и точно, практически без повреждения поверхности оценить качество изделия позволяет такая характеристика материала, как твердость [6–11].

В конце XIX в. Генрих Герц развил теорию контактной механики [12] и решил задачу контакта двух сфер с различными размерами и упругими свойствами. По этому методу для определения твердости вдавливают сферический индентор в образец. Герц предложил мерой твердости считать нагрузку, соответствующую началу пластической деформации при вдавливании полусферы в плоскость. Однако из-за сложности определения начала пластической деформации данный способ применять на практике

достаточно затруднительно. Твердость, определяемую по методу Герца, представляют символом H_z с индексом H , обозначающим контактные напряжения.

Около 1900 г. Мартенс предложил следующую формулировку для определения твердости – это сопротивление, оказываемое телом проникновению другого (более твердого) тела [13]. Это простое определение применяется в технической области и соблюдается до настоящего времени. Его фамилией назван универсальный метод определения твердости, которую обозначают символом HM .

Существует метод Майера, по которому твердость измеряется по площади проекции отпечатка на плоскость и обозначается символом Hm [13].

Твердость при вдавливании сферического шарика определяют методом Бринелля и обозначают символом HB [10].

В результате использования методов определения твердости проводят исследования зависимости твердости материалов от их механических характеристик [14–19].

Благодаря обширному анализу экспериментальных данных Д. Тейбор [20] в 1951 г. предложил следующее соотношение для описания деформации при внедрении сферы в материал:

$$\varepsilon = 0,2 \frac{d}{D}, \quad (1)$$

где d – диаметр отпечатка; D – диаметр индентора.

Соответствующие напряжения описываются выражением

$$\sigma = \frac{P_m}{\psi}, \quad (2)$$

где P_m – среднее контактное давление, равное отношению нагрузки вдавливания к площади области контакта; ψ – коэффициент, который для упругого идеально пластического тела равен 3.

В 1951 г. Тейбор получил диаграмму деформирования материала по результатам циклического вдавливания сферического индентора при последовательном увеличении глубины индентирования.

Наиболее высокую точность определения пределов прочности и текучести показали методы, предложенные М.П. Марковцом [21, 22].

Метод инструментального индентирования в нанодиапазоне разработали Оливер и Фарр [23, 24]. На разгрузочной ветви непрерывной диаграммы индентирования определяют значения упругой жесткости индентора и образца. По поводу данного метода имеются существенные критические комментарии, представленные во многих работах разных исследователей твердости материалов [25–30]. Так, некоторые из них убеждены в неправильной трактовке Оливером и Фарром результатов классической механики одностороннего контакта упругих тел (например, с помощью методов Герца [31] и Снедона [32]), а также в неправильной идентификации глубины контакта h_c , лежащей в основе определения площади контакта $A=F(h_c)$ при вычислении твердости [33] и т. д. Тем не менее материаловедческое сообщество признало этот метод наиболее удобным для индентирования пирамидальными инденторами [34]. Для сферических инденторов обычно отдают предпочтение методам, развиваемым Свейном и Фишером–Крипсом [35]. За последние годы метод Оливера–Фарра стал общепринятым, на его основе созданы многие национальные и международные стандарты [35].

Метод Тейбора впоследствии был модифицирован Фарми Хэгггом – создателем метода Automated Ball Indentation (АВI-метод) [36, 37], который основан на внедрении

индентора в объект контроля под действием плавно возрастающей нагрузки с последующим ее полным снятием при достижении заданной максимальной глубины внедрения и ряда периодических частичных разгрузок. В ходе испытания зависимость глубины внедрения индентора от нагрузки постоянно регистрируется, а также определяется контактная жесткость и глубина упругого контакта при частичной разгрузке на различных глубинах вдавливания.

Кинетическое индентирование в стандарте [34] получило название «инструментальное индентирование» [38, 39], твердость в нем называется универсальной, а число твердости обозначается цифрами, характеризующими величину твердости, со стоящим после них символом НУ. В качестве индентора используется в основном пирамида Виккерса. В 2014 г. М.Б. Бакировым был разработан соответствующий ГОСТ 56232–2014 [40].

Развитие науки о твердости материалов породило не только появление новых методов ее определения, но и неточности в их названиях. Так, методы определения твердости по Бринеллю, Виккерсу, Берковичу получили (согласно немецкому стандарту [41]) общее название – определение универсальной твердости. Затем с 2002 г. методы Виккерса и Берковича по международному стандарту были названы твердостью по Мартенсу [13]. Твердость по Майеру, согласно этому же стандарту, получила название «твердость индентирования», хотя разработанный в СССР в 1960-е гг. этот же метод был назван кинетической твердостью [42]. Вышеуказанный метод измерения твердости в нанодиапазоне (глубина внедрения индентора не превышает 200 нм) известен как метод Оливера–Фарра. На основе вышеизложенного можно утверждать, что в настоящее время отсутствует единый подход расчета твердости разными методами и существуют разночтения в формулировке термина «твердость».

Методы определения твердости и расчета механических характеристик материалов по результатам индентирования

Для формулировки обобщенных названий все основные методы определения твердости материалов условно можно разбить на три основные группы, представленные в табл. 1 [43]:

- 1 – методы, определяющие поверхностную твердость;
- 2 – методы, определяющие проекционную твердость;
- 3 – методы, определяющие объемную твердость.

Широко применяемая эмпирическая зависимость впервые была предложена Бринеллем:

$$\sigma_y = 0,346 \cdot \text{НВ}, \quad (3)$$

где σ_y – условный предел прочности; НВ – твердость по Бринеллю.

Позднее Тейбор применял подобное уравнение в виде:

$$\text{Н} = C \cdot \sigma_\epsilon, \quad (4)$$

где Н – твердость по Виккерсу или Бринеллю; σ_ϵ – напряжение при одноосной деформации ϵ_ϵ ; С – коэффициент от 3 до 3,2.

В настоящее время в зарубежной научно-технической литературе подобное уравнение называется уравнением Тейбора. Коэффициент С зависит от геометрической формы индентора и свойств индентируемого материала.

Таблица 1

Основные методы определения твердости материалов и формулы расчета

Метод	Группа 1 (поверхностная твердость)	Группа 2 (проекционная твердость)	Группа 3 (объемная твердость)
Для индентора сферической формы	$HV_{\text{пов}} = \frac{F}{2\pi R h_{\text{инд}}}$	$HB_{\text{пр}} = \frac{F}{\pi h(2R-h)}$	$HB_{\text{об}} = \frac{F}{1,047 \cdot h^2 (3R-h_{\text{инд}})}$
Для пирамиды Виккерса	$HV_{\text{пов}} = \frac{F}{26,429 h_{\text{инд}}^2}$	$HV_{\text{пр}} = \frac{F}{24,5 h^2}$	$HV_{\text{об}} = \frac{F}{8,168 h_{\text{инд}}^3}$
Для модифицированной пирамиды Берковича	$HB_{\text{пов}} = \frac{F \cos \alpha}{3 h_{\text{инд}}^2 \cdot \text{tg} \alpha \cdot \text{tg} \beta}$	$HB_{\text{пр}}^{6,27} = \frac{F}{24,494 h^2}$	$HB_{\text{об}} = \frac{F}{8,165 h_{\text{инд}}^3}$
Для сфероконического индентора с углом при вершине 120 градусов и радиусом закругления вершины 0,2 мм	$HR_{\text{пов}}^{120-0,2} = F / (2\pi R h_{\text{инд}} + (10,88 h_{\text{инд}}^2 + 0,668 h_{\text{инд}} - 0,026))$	Для сферического индентора $H_{\text{пр}}^{\text{сф-кон}} = F / \left(\pi \sqrt{h_{\text{сф-кон}} + \frac{h_{\text{сф-кон}}^2}{\text{tg} \alpha}} \right)$	$HR_{\text{об}}^{120-0,2} = F / (3,1414 h_{\text{инд}}^3 + 0,2906 h_{\text{инд}}^2 + 0,0089 h_{\text{инд}} - 0,00006)$
Для сфероконического наноиндентора с углом при вершине 60 градусов и радиусом закругления вершины 8,6 мкм	$HR_{\text{пов}}^{\text{н-инд}60-8600} = F / (2\pi R h_{\text{инд}} + 2,09 h_{\text{инд}}^2 + 22805,45 h_{\text{инд}} - 10577173,84)$		$HR_{\text{об}}^{\text{н-инд}60-8600} = F / (0,349 h_{\text{инд}}^3 + 9000 h_{\text{инд}}^2 + 77465070 h_{\text{инд}} - 52779489468)$
Для индентора Шора (шкала А)	$HSA_{\text{пов}} = \frac{F}{7,839 h_{\text{инд}} - 1,292}$		$HSA_{\text{об}} = \frac{F}{0,831 h_{\text{инд}}}$

Широко применяется модель гидростатического ядра Джонсона [44], которая в итоге сводится к эмпирической модели Тэйбора–Марковца:

$$P_m = \frac{2}{3} \sigma_r \left[1 + \ln \left(\frac{1}{3} \cdot \frac{E \cdot t g \alpha}{\sigma_y} \right) \right]. \quad (5)$$

Для использования уравнения Зайцева [45] необходимо знать значения равномерного удлинения при испытании на растяжение:

$$H = 2,94 \sigma_B (1 - \delta_p^2), \quad (6)$$

где δ_p – равномерное удлинение при испытании на растяжение.

Методом конечных элементов (МКЭ) получено следующее уравнение для расчета твердости материалов:

$$H = K_1 \sigma_1 + K_2 \sigma_n, \quad (7)$$

где σ_1 и σ_n – напряжения, соответствующие одноосной деформации соответственно на величину 0,02 и 0,35; K – коэффициенты: $K_1=1$, $K_2=1,4$ – для индентора в методе Виккерса и 1,55 – для эквивалентного конического индентора.

Для материалов, подчиняющихся уравнению Холломона при использовании формулы (7), коэффициент $K_2=1,65$.

Степенной закон Холломона для описания истинных напряжений растяжения или сжатия имеет следующий вид [46]:

$$\sigma = \begin{cases} E \cdot \varepsilon, & \varepsilon \leq \varepsilon_y \\ E \cdot \varepsilon_y^{1-n} \varepsilon^n, & \varepsilon \geq \varepsilon_y \end{cases}, \quad (8)$$

где E – модуль упругости; ε_y – упругая деформация; ε – полная деформация; n – коэффициент.

На рисунке представлена диаграмма инструментального индентирования.

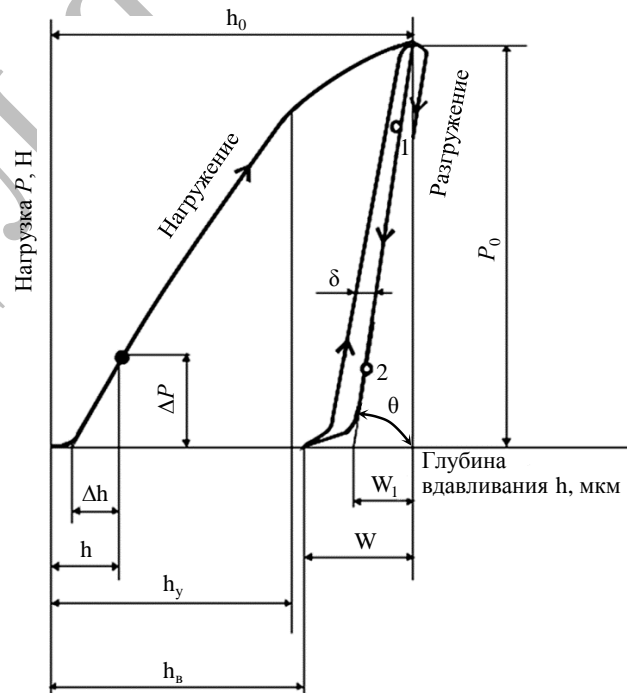


Диаграмма инструментального индентирования

В работах [47, 48] показаны области диаграммы инструментального индентирования, на которых определяемые величины соответствуют следующим методам испытаний на вдавливание: методы Мартенса [9] и ХНАДУ [49], метод ИСМ НАНУ (Институт сверхтвердых материалов им. В.Н. Бакуля) [50], метод Оливера–Фарра, метод Роквелла, методы Бринелля и Виккерса.

В работе [51] представлен метод кинетической микротвердости, который позволяет определить следующие показатели механических свойств:

- микротвердость по глубине отпечатка;
- модуль упругости;
- величину гистерезисных потерь;
- степень пористости, рыхлости материала;
- параметр, характеризующий упругопластические свойства материала;
- коэффициент вариации микротвердости как функцию глубины отпечатка;
- обратимую деформацию;
- микропрочностные показатели – микропрочность и микрохрупкость;
- коэффициент вязкости разрушения (коэффициент трещиностойкости).

В одном из методов построения деформационной кривой по результатам индентирования предполагается использование набора инденторов с разными вершинными углами, что приводит к изменению деформации и коэффициента C в формуле Тейбора. Например, в статье [52] показан метод, который основан на использовании набора пирамидальных инденторов с разными углами при вершине. Изменение угла позволяет менять степень деформации под индентором. Полученные кривые для двух методов показали хорошее совпадение, но при испытании на сжатие возможно изучить только небольшой участок кривой «напряжение–деформация», в отличие от кривых, полученных методом индентирования.

В работе [53] использована аналогичная методика построения кривых деформации с применением набора трехгранных инденторов, которые изменяют степень деформации под индентором от 2 до 35%. Применение каждого индентора дает возможность получить одну точку на кривой деформации в координатах «твердость по Майеру H_m –общая степень деформации под индентором». Полученная при индентировании трехгранными инденторами твердость по Майеру является средним контактным давлением и может быть пересчитана в напряжение течения при сжатии.

Построение кривых деформации методом индентирования открывает новые возможности для определения комплекса механических свойств материалов: верхней и нижней границы текучести, границы пропорциональности, максимального напряжения течения, напряжения разрушения, деформационного упрочнения на каждом отрезке кривой.

Анализ методов построения диаграмм растяжения материалов по результатам индентирования шаром

В стандарте [40] используют метод Тейбора для построения диаграммы деформирования материала по результатам индентирования, при этом оценивают отпечаток с учетом наплыва. Наплыв – это поднятие материала у края лунки из-за его выдавливания от индентирования. Из-за этого смещается край отпечатка, что необходимо учитывать при измерении твердости. Эффективность материала при индентировании характеризуется величиной изменения глубины вдавливания при постоянном усилии. Испытание может проводиться как при одном цикле нагружения, так и при многоцикловом характере приложения нагрузки. При этом в ГОСТ не регламентированы значения параметров программного нагружения.

Анализ стандарта [40] показал, что в нем недостаточно информации для проведения расчета диаграммы растяжения по результатам вдавливания индентора. Во многих пунктах стандарта приведены ссылки на стандарт [34], в котором представлены только формулы для определения модуля упругости, ползучести и релаксации материала. Следует отметить, что представленные в стандарте [40] формулы неудобны для расчета, так как их достаточно много и отсутствуют пояснения к определяемым величинам, а также непонятно как их применять при расчете диаграммы «напряжение–деформация». Приложение А стандарта [40] может быть полезно для научно-технического литературного обзора по разновидностям методик интерпретации диаграмм вдавливания.

В Приложении Е стандарта [40] описана нейросетевая методика [54, 55], которая успешно применяется фирмами-производителями испытательной техники. Например, немецкая компания Mubates [56] предлагает системы, которые позволяют перестраивать диаграмму индентирования в диаграмму растяжения и определять пределы прочности и текучести материала с использованием нейронных сетей.

Предложенная численная методика содержит общие требования к расчетной конечно-элементной модели, в которой не указаны параметры моделируемого контакта, параметры конечно-элементной сетки на контактной и ответной поверхности, не регламентируются условия нагружения и закрепления модели.

В другой предложенной методике с использованием нейронных сетей остается открытым вопрос создания такой нейронной сети, ее обучения с большим количеством статистических данных по конечно-элементным расчетам, которые также не совсем понятно, как нужно выполнять.

Следующий стандарт, который следует рассмотреть в рамках данного обзора, посвящен определению поверхностных остаточных напряжений методом инструментального индентирования [57]. Индентирование образцов проводят как в исходном состоянии, так и имеющих заданный уровень растягивающих и сжимающих напряжений. Далее для каждого условия приложения нагрузки численно рассчитывают диаграммы вдавливания. При использовании конечно-элементной модели (МКЭ) индентирования материала возникает вопрос о ее адекватности. Экспериментальный способ также не регламентируется и имеет определенные сложности при создании в образцах заданного уровня растягивающих и сжимающих напряжений. В ГОСТ Р 57172–2016 в общем виде представлены методы определения поверхностных остаточных напряжений, но отсутствует подробная методика по их реализации, что делает этот ГОСТ, также как и предыдущий стандарт [40], малоинформативным для использования.

Стандарт [21] разработан М.П. Марковцом. Представленный стандарт позволяет по значению твердости определить в таблице соответствующее значение предела текучести легированных сталей. Для других материалов стандарт не дает возможности определить предел текучести при растяжении, так как не представлена методология его расчета. (Вероятно, таблица соответствия твердости и предела текучести получена экспериментально, и поэтому расчет отсутствует в стандарте.)

В инструкции по определению механических свойств металла для оборудования атомных станций безобразцовыми методами [58] предлагаются приборы отечественного производителя и американской компании АТС, которые реализуют АВІ-метод: ТЕСТ-5У (ВНИИАЭС, Россия), ПИТМ-ДВ-02 (НПФ «Экспресс-измерения», Россия), МЭИ-Т7 (Университет МЭИ, Россия), SSM-M1000, SSM-B1000 и SSM-B4000 (Advanced Technology Corporation, США).

Порядок действий по феноменологической методике ВНИИАЭС представлен в табл. 2.

**Феноменологическая методика ВНИИАЭС для получения
диаграммы растяжения по результатам вдавливания шара**

Условный номер действия	Порядок действий	Формула
1	Сопоставление коэффициентов подобия в формуле, описывающей степенные зависимости напряжений R от пластической деформации ε_p в процессе растяжения	$R(\varepsilon_p) = Y_a \cdot \varepsilon_p^m$, где Y_a – коэффициент запаса пластичности материала; m – коэффициент, который характеризует способность материала к упрочнению
2	Сопоставление коэффициентов подобия в формуле, описывающей степенные зависимости напряжений H_m от пластической деформаций ε_p в процессе вдавливания	$H_m(\varepsilon_p) = Y_b \cdot \varepsilon_p^n$, где Y_b – коэффициент запаса пластичности материала; n – коэффициент, который характеризует способность материала к упрочнению
3	Определение твердости по Майеру через диаметр отпечатка d и силу, приложенную к индентору P	$H_m = \frac{P}{\pi \cdot d^2 / 4}$
4	Выражение диаметра отпечатка d через глубину вдавливания t и диаметр шарового индентора D	$d = 2\sqrt{t \cdot D - t^2}$
5	Представляем соотношение из второго пункта табл. 2 в следующем виде	$\frac{P}{d^2} = Y_b \left(\frac{d}{D} \right)^n$
6	По диаграмме вдавливания шарового индентора восстанавливаем диаграмму одноосного растяжения	$R(\varepsilon) = f(Y_b) \cdot \varepsilon^m$
7	В точке перегиба на участке вдавливания шарового индентора определяем текущее значение твердости по Бринеллю	$H_{\max} = \frac{P_{\max}}{\pi \cdot D \cdot t_{\max}}$, где t_{\max} – значение глубины вдавливания; P_{\max} – значение прилагаемого усилия в точке перегиба
8	Определение предела прочности при растяжении	$R_m = f(H_{\max})$, где H_{\max} – твердость в точке перегиба
9	Определение предела текучести	$R_{0,2} = f(Y_b)$
10	Определение равномерного удлинения	$A_m = f(d_{\max}/D)$
11	Определение текущего диаметра поверхности контакта, соответствующего точке перегиба	$d_{\max} = 2\sqrt{(t_{\max} \cdot D - t_{\max}^2)}$
12	Построение истинной кривой одноосного растяжения	$R(\varepsilon) = b \cdot (b-a) e^{-c\varepsilon}$ где a, b, c – параметры при $\varepsilon = \varepsilon_m$
13	Параметры a, b, c определяют по следующему алгоритму	$\varepsilon_m = \ln(1 + A_m)$, $R(\varepsilon=0) = R_{0,2}$, $R(\varepsilon = \varepsilon_m) = \frac{dR}{d\varepsilon}(\varepsilon = \varepsilon_m) = R_m \cdot e^{\varepsilon_m}$, $c = \frac{1}{\varepsilon_m} \ln \left(\frac{(1+c)(x-1)}{x - e^{-c\varepsilon_m}} \right)$, $x = R_m \cdot e^{\varepsilon_m} / R_{0,2}$, $a = R_{0,2}$, $b = R_{0,2} \cdot e^{c\varepsilon_m} / (1+c)$

Методика Марковца состоит в том, чтобы найти текущее значение НВ при выполнении условия [21]

$$d/D=0,0893\approx 0,09. \quad (9)$$

Методика Марковца реализована в твердомерах Московского энергетического института, в котором разработан переносной прибор, позволяющий контролировать твердость, пределы текучести и прочности материала, строить кривую его деформирования [59]. В твердомере используют сферические инденторы, которые в зависимости от глубины вдавливания позволяют регистрировать различную контактную деформацию. Это дает возможность получить диаграмму вдавливания одним индентором в координатах «контактное напряжение–контактная деформация» (табл. 3).

Таблица 3

Методика Окриджской национальной лаборатории получения диаграммы растяжения по результатам вдавливания шара

Условный номер действия	Порядок действий	Формула
1	Точка на восстановленной истинной кривой одноосного растяжения $R(\epsilon_p)$ находится из соотношения (1)	$R=P/(\pi(d/2)^2 \delta)$, где R – истинное напряжение; δ – множитель; d – диаметр лунки
2	Диаметр лунки D_p рассчитывается на основании формулы Герца	$d^3 \left(\frac{1}{D} - \frac{1}{D_p} \right) = \frac{3P}{E}$
3	Кривизна лунки вычисляется на основании ее глубины h_p и диаметра D_p	$(D_p/2)^2 = (D_p/2 - h_p)^2 + d^2$
4	Приведенный модуль упругости выражается через модуль упругости и коэффициент Пуассона образца (E_s, ν_s) и индентора (E_i, ν_i)	$\frac{1}{E} = \frac{1-\nu_s^2}{E_s} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$
5	Определение множителя δ	$\delta = \begin{cases} 1,12 & \Phi \leq 1 \\ 1,12 + \tau \ln \Phi & 1 < \Phi \leq 27, \\ \delta_{\max} & \Phi > 27 \end{cases}$ где $\Phi = \epsilon_p E_s / 0,43R$, $\delta_{\max} = 2,87\alpha_m$, $\tau = \frac{\delta_{\max} - 1,12}{3,3}$, α_m – параметр чувствительности материала к скорости нагружения (для материалов нечувствительных к скорости нагружения $\alpha_m = 1,0$)
6	Определение текущего диаметра лунки под нагрузкой t	$d_t = 2\sqrt{tD - t^2}$
7	Определение связи диаметра лунки со значением усилия, приложенного к индентору	$P/d_t^2 = A (d_t/D)^{m-2}$ где m – индекс Майера; A – коэффициент
8	Определение предела текучести	$R_{0,2} = \beta_m \cdot A + B$, где коэффициент β_m зависит от класса материала образца

Инструкция РД ЭО 0027–2005 [58] содержит подробное и понятное описание методики пересчета диаграммы индентирования в диаграмму растяжения материала и включает феноменологическую и Окриджскую методики, а также методику Марковца.

Методика ВНИИАЭС с использованием процедуры численного моделирования (как и рассмотренные ранее стандарты) содержит общие требования к построению конечно-элементной модели индентирования материала. Для понимания необходимости регламентирования процедуры создания конечно-элементной модели и проведения расчетов индентирования материалов рассмотрим работу [60], которая посвящена конечно-элементному моделированию индентирования металлических материалов.

Исследование индентирования пластичных материалов проводили с помощью численных конечно-элементных расчетов в программе ANSYS, которая позволяет проводить прочностные расчеты материалов и конструкций, состоящих из различных материалов, в том числе с заданием контактного взаимодействия [61–68]. Валидацию модели проводили на экспериментальных данных индентирования и растяжения материала. При моделировании учитывали несовершенство индентора, а для свойств сферического индентора и образца задавали кривые деформирования материалов, полученные при эксперименте. Оценивали чувствительность результатов расчетов к жесткости индентора, силе трения и ползучести образца. Для экономии времени расчетов рассматривали двумерную осесимметричную задачу с переменным разбиением модели в программе PATRAN. Поскольку процесс вдавливания имеет большую нелинейность, то с увеличением глубины проникновения сильно возрастают деформации конечных элементов с недопустимым изменением их формы, что приводит к несходимости расчета. Программа PATRAN имеет удобные средства ручной настройки сетки конечных элементов с возможностью удвоить размер элемента при переходе от зоны с мелкой сеткой к зоне с крупной сеткой без нарушения каких-либо ограничений геометрической формы элемента. Это достигается за счет использования трапециевидных элементов в качестве взаимосвязей между зонами двух размеров. В результате для всей сетки создается меньше элементов по сравнению с программой ANSYS. Разбиение индентора проведено в программе ANSYS с помощью стандартной опции свободного разбиения модели на конечные элементы [69–78].

При использовании контакта «узел–поверхность» контактный элемент представлял собой треугольник, основание которого являлось линией между двумя узлами на одной из поверхностей, а противоположная вершина являлась контактным узлом на другой поверхности. В этом случае расчет занимал длительное время, так как количество итераций на шаг нагрузки значительно увеличивалось после всего лишь нескольких микрометров проникновения моделируемого индентора. Проблема конвергенции усугубилась, когда между двумя поверхностями было включено трение скольжения. В связи с этим контакт моделировали иначе – парой контактных элементов, один из которых используется для поверхности индентора, другой – для поверхности образца. При таких условиях контакта наблюдалась хорошая сходимость задачи.

Нагружение образца осуществляли перемещением индентора на 0,1 мкм при каждом шаге нагрузки. Пиковая нагрузка достигалась при достижении максимальной глубины 20 мкм. На каждом шаге нагрузки измеряли геометрическую форму профиля вмятины, радиус и глубину контакта и сравнивали с соответствующими прогнозами аналитического решения Снедона [79], по которому определяются соотношения между нагрузкой, деформацией и формируемой контактной областью.

Следующий этап верификации модели проводили при сравнении расчетных кривых индентирования и кривых профиля отпечатка, полученных при различных

коэффициентах трения контактируемых поверхностей. Наибольшее расхождение кривых наблюдалось при максимальной глубине вдавливания.

При максимальной нагрузке проявляется эффект ползучести материала в виде плато на диаграмме индентирования. Ползучесть влияет не только на измеренную глубину и твердость, но и на наклон кривой разгрузки при пиковой нагрузке, которая является ключевой величиной при расчете модуля упругости. Расчетную кривую индентирования строили на основе экспериментальных данных, полученных при вдавливании индентора с различными скоростями нагружения.

Главная задача работы [60] – показать подходы к построению конечно-элементной модели индентирования материалов, к особенностям разбиения модели, задания контактных поверхностей, ее верификации и валидации. В статье перечислены различные нюансы по верификации и валидации конечно-элементной модели индентирования материала сферическим индентором и видно, что ее создание и расчеты достаточно трудоемки и многие моменты должны быть регламентированы, что отсутствует в существующих стандартах.

Заключения

Анализ методик по определению механических характеристик и построению диаграмм растяжения и сжатия материала по результатам вдавливания индентора показал, что они в своем большинстве описывают методы в общем виде и в них отсутствует подробное пояснение по их реализации. Достаточно информации содержит инструкция по определению механических свойств металла оборудования атомных станций безобразцовыми методами по характеристикам твердости, так как в ней подробно описаны феноменологическая методика, методика Марковца и Окриджская методика пересчета диаграммы индентирования в диаграмму растяжения материала.

В стандартах по расчету механических характеристик по результатам индентирования материала предлагается использовать МКЭ для моделирования индентирования, но не указан алгоритм построения конечно-элементной модели, что является недостатком и усложняет применение предлагаемых численных расчетов.

В связи с этим необходима доработка существующих стандартов и развитие расчетных методов с подробным описанием методик пересчета диаграмм индентирования в механические характеристики материалов.

Библиографический список

1. Бузник В.М., Каблов Е.Н., Кошурина А.А. Материалы для сложных технических устройств арктического применения // Научно-технические проблемы освоения Арктики. М.: Наука, 2015. С. 275–285.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
3. Каблов Е.Н. Композиты: сегодня и завтра // Металлы Евразии. 2015. №1. С. 36–39.
4. Ерасов В.С., Орешко Е.И., Луценко А.Н. Площадь свободной поверхности как критерий хрупкого разрушения // Авиационные материалы и технологии. 2017. №2 (47). С. 69–79. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-2-69-79.
5. Ерасов В.С., Орешко Е.И. Силовой, деформационный и энергетический критерии разрушения // Труды ВИАМ. 2017. №10 (58). Ст. 11. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 25.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-10-11-11.
6. Булычев С.И., Алехин В.П. Метод кинетической твердости и микротвердости в испытании вдавливанием индентора // Заводская лаборатория. 1987. №53. С. 76–80.

7. Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усеинов С.С. и др. Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // Нанотехника. Инженерный журнал. 2008. №1 (13). С. 111–115.
8. Головин Ю.И. Введение в нанотехнику. М.: Машиностроение, 2007. 496 с.
9. Терновский А.П., Алехин В.П., Шоршоров М.Х. и др. О микромеханических испытаниях материалов путем вдавливания // Заводская лаборатория. 1973. №10. С. 1242–1246.
10. Лебедева С.И. Микротвердость минералов. М.: Недра, 1977. 118 с.
11. Хасанов О.Л., Струц В.К., Соколов В.М. и др. Методы измерения микротвердости и трещиностойкости наноструктурных керамик: учеб. пособие. Томск: Томск. политех. ун-т, 2011. 101 с.
12. Boussinesq J. Applications des potentiels a l'etude de equilibre et du mouvement des solides elastiques. Paris: Gauthier-Villars, 1885. 734 p.
13. Давиденков Н.Н. Некоторые проблемы механики материалов. Л.: Лениздат, 1943. 152 с.
14. Дрозд М.С. Определение механических свойств металлов без разрушения. М.: Metallургия, 1965. 171 с.
15. Дель Г.Д. Определение напряжений в пластической области по распределению твердости. М.: Машиностроение, 1971. 200 с.
16. Фридман Я.Б. Механические свойства металлов. 3-е изд. М.: Оборонгиз, 1974. 367 с.
17. Давиденков Н.Н. Динамические испытания металлов. М.; Л.: Гос. изд-во, 1929. 366 с.
18. Марковец М.П. Исследования в области измерения твердости // Труды метрологических институтов СССР. 1967. Вып. 91 (151). С. 58.
19. Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усеинов С.С. и др. Методы измерения механических свойств материалов с нанометровым разрешением и их метрологическое обеспечение // Тр. науч. сессии НИЯУ МИФИ-2010. 2010. Т. 2. С. 233.
20. Tabor D. The hardness of metals. Oxford: Clarendon press, 1951. 171 p.
21. ГОСТ 22762–77. Метод измерения твердости на пределе текучести вдавливанием шара. М.: Изд-во стандартов, 1978. 12 с.
22. Марковец М.П. Определение механических свойств материалов по твердости. М.: Машиностроение, 1979. 191 с.
23. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. 1992. Vol. 6. P. 1564–1583.
24. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // Journal of Materials Research. 2004. Vol. 19. No. 1. P. 3–20.
25. Lo R.Y., Bogy D.B. Compensating for elastic deformation of the indenter in hardness tests of very hard materials // Journal of Materials Research. 1999. Vol. 14. P. 2276–2282.
26. Hay J.C., Bolshakov A., Pharr G.M. A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data // Journal of Materials Research. 1999. Vol. 14. P. 2296–2305.
27. Veprek S., Mukherjee S., Mannling H.-D., He J. On the reliability of the measurements of mechanical properties of superhard coatings // Materials Science and Engineering. 2004. Vol. 340. P. 292–297.
28. Cao Y.P., Dao M., Lu J. A precise correcting method for the study of the superhard material using nanoindentation tests // Journal of Materials Research. 2007. Vol. 22. P. 1255–1264.
29. Veprek-Heijman M.G.J., Veprek R.G., Argon A.S. et al. Non-linear finite element constitutive modeling of indentation into super- and ultrahard materials: The plastic deformation of the diamond tip and the ratio of hardness to tensile yield strength of super- and ultrahard nanocomposites // Surface and Coatings Technology. 2009. Vol. 203. P. 3385–3391.
30. Hay J., Agee P., Herbert E. Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing // Experimental Techniques. 2010. No. 3. P. 86–94.
31. Галин Л.А. Контактные задачи теории упругости и вязкоупругости. М.: Наука, 1980. 303 с.

32. Sneddon I.N. Boussinesq's problem for a rigid cone // *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical Society*. 1948. Vol. 44. P. 492–507.
33. Галанов Б.А., Дуб С.Н. Критические комментарии к методике Оливера–Фара для измерения твердости и упругого модуля посредством инструментального индентирования и уточнение ее базисных соотношений // *Сверхтвердые материалы*. 2017. №6. С. 3–24.
34. ГОСТ Р 8.748–2011 (ИСО 14577-1:2002) Государственная система обеспечения единства измерений (ГСИ). Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний. М.: Стандартинформ, 2013. 32 с.
35. Головин Ю.И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и пленках (обзор) // *Физика твердого тела*. 2008. Т. 50. Вып. 12. С. 2113–2142.
36. Haggag F.M. Small specimen test techniques applied to nuclear reactor vessel thermal annealing and plant life extension: ASTM STP 1204. American Society for Testing and Materials, 1993. P. 27–44.
37. Haggag F.M., Nastad R.K. Innovative approaches to irradiation damage, and fracture analysis // *The American Society of Mechanical Engineers*. 1989. P. 179–181.
38. Haggag F.M. Structural integrity evaluation based on an innovative field indentation microprobe // *The American Society of Mechanical Engineers Pressure Vessels & Piping*. 1989. Vol. 170. P. 101–107.
39. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976. 230 с.
40. ГОСТ 56232–2014. Определение диаграммы «напряжение–деформация» методом инструментального индентирования шара. Общие требования. М.: Стандартинформ, 2014. 44 с.
41. Testing of metallic materials – Universal hardness test DIN 50359-1. German Institute for Standardisation (Deutsches Institut für Normung), 1997. 15 p.
42. Бульчев С.И., Алехин В.П., Шоршоров М.Х. Исследование физико-механических свойств материалов в приповерхностных слоях и микрообъемах методом непрерывного вдавливания индентора (обзор) // *Физика и химия обработки материалов*. 1979. №5. С. 69–81.
43. Мощенок В.И., Тимофеева Л.А. Единый подход к определению поверхностной, проекционной и объемной твердости материалов в макро-, микро- и нанодиапазонах // *Вестник ХНАДУ*. 2011. Вып. 54. С. 7–12.
44. Джонсон К. Механика контактного взаимодействия / пер. с англ. М.: Мир, 1989. 510 с.
45. Зайцев Г.П. Твердость по Бринеллю как функция параметров пластичности металлов // *Заводская лаборатория*. 1949. №6. С. 704–717.
46. Огар П.М., Кушнарв В.С., Кобзова И.О., Чебыкин В.С. Применение энергетической твердости материала для определения диаграммы истинных напряжений // *Systems Methods Technologies. Application of energy*. 2019. №2 (42). P. 18–26.
47. Орешко Е.И., Уткин Д.А., Ерасов В.С., Ляхов А.А. Методы измерения твердости материалов (обзор) // *Труды ВИАМ*. 2020. №1 (85). Ст. 10. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 25.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-1-101-117.
48. Мощенок В.И., Костина Л.Л. Диаграмма индентирования и современные методы измерения твердости // *Вестник КрНУ им. М. Остроградского*. 2011. №5. С. 16–18.
49. Moshenok V.I. Modern methods of materials makro-, mikro-, nanohardness measuring // *Engineering of Surface and Wares Renovation: 9th International Scientific and Technical Conference*. Yalta; Kiev, 2009. P. 139–140.
50. Колмаков А.Г., Терентьев В.Ф., Бакиров М.Б. Методы измерения твердости. 2-е изд., перераб. и доп. М.: Интернет Инжиниринг, 2005. 150 с.
51. Бульчев С.И., Алехин В.П. Испытание материалов непрерывным вдавливанием индентора. М.: Машиностроение, 1990. 224 с.
52. Мильман Ю.В., Галанов Б.А., Чугунова С.И., Гончарова И.В. Определение механических свойств малопластичных материалов методом индентирования // *Polish Ceramic Bulletin*. 1996. Is. 50. No. 12. P. 95–102.

53. Гончарова И.В. Определение методом индентирования физико-механических свойств материалов: дис. ... канд. физ.-мат. наук. Киев: Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича, 2017. 171 с.
54. Джулли А., Пал С. Библиотека Keras – инструмент глубокого обучения. М.: ДМК Пресс, 2018. 294 с.
55. Барский А.Б. Нейронные сети: распознавание, управление, принятие решений. М.: Финансы и статистика, 2004. 13 с.
56. Примеры работ // Mubatec.com. URL: <http://mubatec.com/portfolio> (дата обращения: 05.11.2020).
57. ГОСТ Р 57172–2016. Определение поверхностных остаточных напряжений методом инструментального индентирования. М.: Стандартинформ, 2016. 12 с.
58. Инструкция по определению механических свойств металла оборудования атомных станций безобразцовыми методами по характеристикам твердости: РД ЭО 0027-2005 / ФГУП Концерн «РОСЭНЕРГОАТОМ». URL: <https://files.stroyinf.ru/Data2/1/4293828/4293828800.pdf> (дата обращения: 05.11.2020).
59. Матюшин В.М., Марченков А.Ю., Волков П.В., Демидов А.Н. Диагностика механических свойств материалов по диаграммам индентирования на разных масштабных уровнях // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2015. Т. 81. №4. С. 47–52.
60. Syngellakis S., Habbab H., Mellor B.G. Finite element simulation of spherical indentation experiments // The International Journal of Computational Methods and Experimental Measurements. 2018. Vol. 6. No. 4. P. 749–763.
61. Басов К.А. Графический интерфейс комплекса ANSYS. М.: ДМК Пресс, 2006. 248 с.
62. Боровков А.И. Возможности системы конечно-элементного моделирования ANSYS/LS-DYNA // Сб. материалов I Междунар. конф. пользователей программного обеспечения ANSYS E. М.: ЕМТ–ANSYS-центр, 2003. С. 128–136.
63. Коллеров М.Ю., Гусев Д.Е., Орешко Е.И. Экспериментально-теоретическое обоснование выбора метода и имплантатов для устранения воронкообразной деформации грудной клетки // Научные труды (Вестник МАТИ). 2012. №19 (91). С. 331–336.
64. Antipov V.V., Oreshko E.I., Erasov V.S., Serebrennikova N.Y. Hybrid laminates for application in north conditions // Mechanics of Composite Materials. 2016. Vol. 52. No. 5. P. 973–990.
65. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Крылов В.Д. Построение трехмерных диаграмм деформирования для анализа механического поведения материала, испытанного при различных скоростях нагружения // Авиационные материалы и технологии. 2018. №2 (51). С. 59–66. DOI: 10.18577/2071-9140-2018-0-2-59-66.
66. Коллеров М.Ю., Усиков В.Д., Куфтов В.С., Гусев Д.Е., Орешко Е.И. Медико-техническое обоснование использования титановых сплавов в имплантируемых конструкциях для стабилизации позвоночника // Титан. 2013. №1 (40). С. 39–45.
67. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Луценко А.Н. Критические напряжения потери устойчивости в гибридных слоистых пластинах // Материаловедение. 2016. №11. С. 17–21.
68. Ерасов В.С., Автаев В.В., Орешко Е.И., Яковлев Н.О. Преимущества «жесткого» нагружения при испытаниях на статическое и повторно-статическое растяжение // Труды ВИАМ. 2018. №9 (69). Ст. 10. URL: <http://viam-works.ru> (дата обращения: 25.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-92-104.
69. Чигарев А.В., Кравчук А.С., Смалюк А.Ф. ANSYS для инженеров: справочное пособие. М.: Машиностроение-1, 2004. 512 с.
70. Котов А.Г. Основы моделирования в среде ANSYS: учеб. пособие. Пермь: Перм. гос. техн. ун-т, 2008. 200 с.
71. Кравчук А.С., Смалюк А.Ф., Кравчук А.И. Электронная библиотека механики и физики: лекции по ANSYS с примерами решения задач: в 5 ч. Минск: БГУ, 2013. Ч. 5. С. 105.
72. Колеров М.Ю., Егорова М.В., Орешко Е.И. и др. Экспериментально-теоретическое обоснование алгоритма раннего ортодонтического лечения детей с односторонней расщелиной губы и неба несъемными аппаратами // Стоматология детского возраста и профилактика. 2011. Т. X. №1 (36). С. 23–27.

73. Орешко Е.И., Ерасов В.С. Численные исследования устойчивости пластин с шарнирно закрепленными поперечными кромками // Деформация и разрушение материалов. 2018. №6. С. 7–11.
74. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Ястребов А.С. Прогнозирование прочностных и деформационных характеристик материалов при испытаниях на растяжение и ползучесть // Материаловедение. 2019. №2. С. 3–8.
75. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Качан Д.В., Лашов О.А. Исследования устойчивости стержней и пластин при сжатии с защемленными поперечными кромками // Труды ВИАМ. 2018. №9 (69). Ст. 07. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-9-61-70.
76. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Лашов О.А., Подживотов Н.Ю., Качан Д.В. Расчет напряжений в слоистом материале // Труды ВИАМ. 2018. №10 (70). Ст. 11. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.11.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-10-93-106.
77. Орешко Е.И., Ерасов В.С., Лашов О.А., Подживотов Н.Ю., Качан Д.В. Численное исследование несущей способности слоистого материала // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2019. №3. С. 16–21.
78. Орешко Е.И., Уткин Д.А., Яковлев Н.О., Ерасов В.С. Исследование процессов деформирования металлических и полимерных композиционных материалов при индентировании // XII Всерос. конф. по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат». М.: ВИАМ, 2020. С. 326–342.
79. Журавков М.А., Романова Н.С. Определение физико-механических свойств биоматериалов на основе данных наноиндентирования и моделей дробного порядка // Российский журнал биомеханики. 2016. Т. 20. №1. С. 8–27.

УДК 66.045.3

А.В. Зувев¹, Ю.П. Заричняк², Д.Я. Баринов¹, Л.Л. Краснов¹**ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ГИБКОГО ТЕПЛОИЗОЛЯЦИОННОГО МАТЕРИАЛА**

DOI: 10.18577/2713-0193-2021-0-1-119-126

Приводятся результаты измерения теплопроводности и теплоемкости гибкой теплоизоляции. Гибкая теплоизоляция представляет собой высокопористый волокнистый материал – конструкцию, которая включает войлок, закрытый со всех сторон тканью. Вся конструкция прошита нитью. Волокнистая сердцевина, ткань и прошивочная нить состоят из волокон оксида кремния. Теплопроводность измеряли стационарным методом на плоских образцах. Теплоемкость определяли на калориметре НТ-1000. Проводился расчет теплопереноса для характерных условий, действующих при выходе космического аппарата на орбиту.

Ключевые слова: гибкая волокнистая теплоизоляция, измерения, теплопроводность, теплоемкость, теплофизические свойства, теплозащитный материал, летательный аппарат.

A.V. Zuev¹, Yu.P. Zarichnyak², D.Ya. Barinov¹, L.L. Krasnov¹**MEASUREMENT OF THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF FLEXIBLE THERMAL INSULATION**

The paper presents the results of measuring thermal conductivity and heat capacity of a flexible thermal insulation. Flexible thermal insulation is a highly porous fibrous material, a construction that includes felt, covered on all sides with fabric. The whole structure is stitched with a thread. The fibrous core, fabric and sewing thread are composed of silica fibers. Thermal conductivity was measured by the stationary method on flat samples. The heat capacity was determined using a NT-1000 calorimeter. The calculation of heat transfer was carried out for the conditions characteristic of those in effect when the spacecraft entered the orbit.

Keywords: flexible fiber insulation, measurements, thermal conductivity, heat capacity, thermophysical properties, heat protection material, fly vehicle.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский университет ИТМО» [ITMO University]; e-mail: od@itmo.ru

Введение

В конце XX – начале XXI в. развитие аэрокосмических систем было направлено на создание высокоскоростных летательных аппаратов многофазового действия. Это привело к необходимости защиты корпуса аппарата и находящихся в нем экипажа и полезного груза от высокотемпературного газового потока и активному развитию теплоизоляционных и теплозащитных материалов [1, 2].

Первым объектом, преодолевшим тепловой барьер, была головная часть ракеты Р-5М, запуск которой состоялся в 1956 г. В дальнейшем, при развитии ракет большой дальности и первых автономных и пилотируемых космических аппаратов, была применена разрушаемая тепловая защита на основе шпатлевок и обмазок на полимерной основе с упрочняющим наполнителем [3]. Основной принцип действия таких материалов

состоит в физико-химическом взаимодействии материала с газовым потоком, при этом материал претерпевает превращения с образованием большого количества газообразных продуктов. При создании космических аппаратов второго поколения типа «Союз» и Apollo была также использована разрушаемая тепловая защита, но более сложной конструкции: с использованием сотовых конструкций, добавлением микросфер и стеклянных волокон [4]. Эти добавки должны были снизить скорость разрушения, вызванного эрозионным воздействием набегающего потока. Материалы хорошо себя зарекомендовали, многократно использовались для защиты космических аппаратов и применяются до настоящего времени уже на последних модификациях аппаратов типа «Союз» и концептуально новом аппарате Orion. Для последнего предполагалось применение тепловой защиты на основе углерод-керамических материалов, однако в настоящее время идет их экспериментальная отработка. Тем не менее все эти материалы также представляют собой тепловую защиту разового действия.

Многоразовая тепловая защита появилась в начале работ при создании орбитальных летательных аппаратов систем «Энергия–Буран» и Space Shuttle. При входе аппарата в плотные слои атмосферы в процессе спуска на Землю его поверхность может нагреваться до температур >1500 °С. Для защиты наиболее теплонагруженных элементов конструкции (носов крыла и киля, носового обтекателя) применялись углерод-углеродные материалы с соответствующими покрытиями, предохраняющими от взаимодействия с кислородом. Однако основной вклад в защиту аппарата внесли волокнистые низкоплотные материалы на основе волокон кремния и муллита. Следует отметить, что были необходимы различные типы теплозащитных материалов: жесткие (в виде плиток) и гибкие, представляющие собой маты различной формы.

В настоящее время существует несколько концепций создания многоразовой тепловой защиты. Среди них плиточная теплозащита на основе волокон тугоплавких оксидов: кремния, алюминия, циркония. Существуют также варианты тепловой защиты на основе тугоплавких керамик: карбида кремния, диборидов гафния и циркония, однако плотность и теплопроводность таких материалов весьма высокие. При незначительном времени эксплуатации возможно применение тугоплавких сплавов в качестве внешнего слоя корпуса, а охлаждение обеспечивается радиационным сбросом тепла с нагретой поверхности.

Развитие технологий показало, что в качестве эффективной внешней тепловой защиты высокоскоростных летательных аппаратов находят применение теплоизоляционные конструкции с использованием высокопористых волокнистых материалов, изготавливаемые как со связующим, так и без него [5–10]. Высокопористые волокнистые материалы со связующим обладают механической прочностью и жесткостью, что позволяет при измерении их теплофизических свойств надежно фиксировать в них датчики температуры – термомпары. Материалы без связующего представляют собой гибкую вату, например из волокон оксидов, которая находится внутри чехла из ткани, прошитого нитью. Волокна ваты, ткани и прошивочной нити, как правило, изготавливают из материалов одного состава. Полученная конструкция обладает определенной гибкостью и получила название гибкой теплоизоляции.

Особое распространение в качестве как жесткой, так и гибкой теплоизоляции, получили материалы на основе волокон из аморфного оксида кремния. Среди достоинств высокопористых волокнистых материалов следует отметить их низкую теплопроводность, широкий диапазон рабочих температур, стабильность свойств при многократных нагреваниях и охлаждениях. Дополнительным важным эксплуатационным качеством обладают теплоизоляционные материалы, изготовленные из волокон оксида кремния и алюмосиликата (муллита), которые могут успешно работать в окислительной газовой среде.

Одними из важнейших характеристик теплозащитных конструкций являются теплофизические свойства, в частности плотность, теплопроводность и теплоемкость. От этих характеристик зависит способность материала проводить тепло, а также масса теплозащитной конструкции. Многочисленные научно-технические работы посвящены расчетным и экспериментальным исследованиям теплопереноса в жестких волокнистых материалах со связующим [11–16]. При этом значительно меньше публикаций, посвященных гибким теплоизоляционным конструкциям. Одна из причин этого в особенностях этих материалов и конструкций, которые усложняют как экспериментальные, так и расчетные исследования их характеристик. В данной работе проводились исследования теплофизических свойств гибкой теплоизоляции, в которой все ее элементы (вата, ткань и прошивочная нить) состоят из волокон оксида кремния.

Материалы и методы

Рассматриваемый гибкий теплоизоляционный материал на основе волокон из оксида кремния значительно дешевле жестких теплозащитных материалов серии ТЗМК. В основном это вызвано отсутствием в нем связующего и связанных с этим технологических процессов, в том числе высокотемпературной предварительной термообработки. Кроме того, за счет гибкости материала существенно упрощается и удешевляется его крепление на поверхности летательного аппарата – нет необходимости обрабатывать каждый теплоизоляционный элемент под конкретное место на обшивке летательного аппарата.

Основная сложность измерения теплопроводности мягких образцов заключалась в определении координат термопар в образце. В данном исследовании для решения этой задачи образец из материала теплоизоляции помещали в коробку из высокопористого жесткого материала марки ТЗМК-25 на основе волокон из оксида кремния, свойства которого известны. Пропуская термопару через боковые стенки коробки в точках с известными координатами, а затем через образец, удавалось надежно фиксировать термопару в его центральной зоне (рис. 1).



Рис. 1. Общий вид вакуумной камеры экспериментальной установки по измерению теплопроводности теплоизоляционных материалов стационарным методом «пластины»

На горячей поверхности образца получали температурное поле, обладающее хорошей симметрией. Характерный вид образца после температурного воздействия изображен на рис. 2. Это позволило располагать термопары, учитывающие оттоки тепла от центра образца, в плоскости поверхности только в одном направлении. При размерах

образца 100×100×10 мм температурное поле в центре образца можно считать одномерным. Кроме выбранного соотношения размеров образца, в соответствии с которым толщина в 10 раз меньше любого поперечного размера, этому способствовали:

- равномерное температурное поле по нагревателю из танталовой фольги толщиной 250 мкм и шириной 150 мм, а также симметричная схема расположения образцов с обеих сторон нагревателя;
- теплоизоляция боковых сторон образца, помещенного в коробку из теплоизоляционного материала ТЗМК-25.

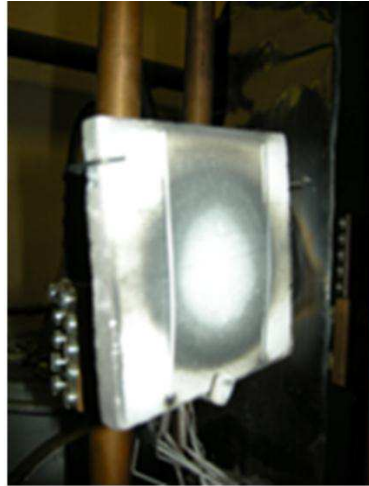


Рис. 2. Иллюстрация симметричности температурного поля относительно центра на горячей поверхности образца

Для определения мощности, выделяемой нагревателем в его центральной зоне, к фольге приваривались потенциальные отводы. Дополнительно тепловой поток, прошедший через образец, определяли по перепаду температур в центральной части дна коробки из материала ТЗМК-25 с известными характеристиками.

Для описания температурного поля в образце использовали одномерное стационарное уравнение теплопроводности. Как известно, решение такого уравнения позволяет получить выражение для расчета величины теплопроводности – в данном случае гибкой теплоизоляционной конструкции. Уравнение для расчета теплопроводности имеет вид

$$\lambda(T) = \frac{Q}{S} \cdot \frac{\Delta Z}{\Delta T}, \quad (1)$$

где Q/S – плотность теплового потока, т. е. мощность, выделяемая нагревателем в центральной зоне образца, отнесенная к площади, на которой он выделяется; $\Delta T/\Delta Z$ – перепад температур в образце, вызываемый этим тепловым потоком.

При этом принимаем, что ось Z проходит через центр образца перпендикулярно нагревателю.

Результаты и обсуждение

На рис. 3 приведены зависимости характеристик теплопроводности гибкого (с кажущейся плотностью 120 кг/м³) и жесткого (марки ТЗМК-10 с кажущейся плотностью 144 кг/м³) теплоизоляционных материалов. Сравнение гибкого материала с материалом ТЗМК-10 объясняется схожими значениями их кажущейся плотности.

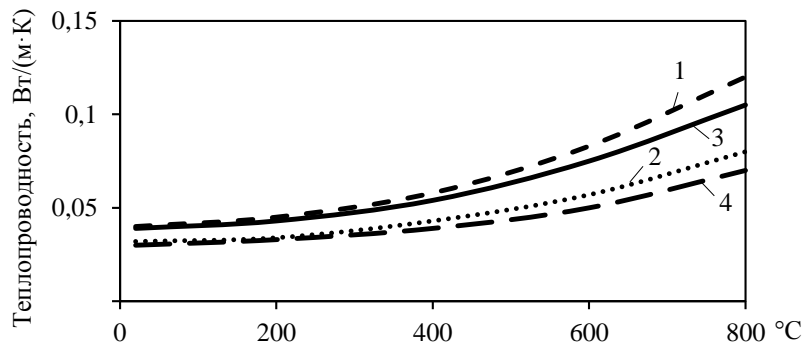


Рис. 3. Температурная зависимость теплопроводности материалов ТЗМК-10 (1, 2) и гибкой теплоизоляции (3, 4) в среде аргона при давлении 10^5 Па (1, 3) и в вакууме 10^{-2} Па (2, 4)

Видно, что теплопроводность гибкой теплоизоляции с ростом температуры изменяется практически так же, как и у жесткого материала. Это вызвано тем, что, хотя плотность материала теплоизоляции меньше и радиационная составляющая должна давать более весомый вклад, но при этом волокна в гибкой теплоизоляции в большей степени ориентированы в плоскости, перпендикулярной тепловому потоку, и это является дополнительным препятствием для распространения теплового излучения. Ориентация волокон в вате преимущественно в направлении, перпендикулярном тепловому потоку, обеспечивается, во-первых, его специальной укладкой на ткани и, во-вторых, ее поджатием при прошивании нитью при изготовлении теплоизоляционной конструкции. Еще одним фактором, приводящим к снижению эффективной теплопроводности материала теплоизоляции, является использование двух слоев ткани: один слой сверху, а другой – внизу. Слои ткани контактируют с защищаемой поверхностью, а поскольку ткань обладает значительно большей плотностью, чем вата, и ее волокна располагаются перпендикулярно радиационному тепловому потоку, эффективная теплопроводность снижается.

Теплоемкость гибкой теплоизоляции определяли на адиабатическом калориметре НТ-1000 фирмы Setaram (Франция). Измерения проводили в режиме монотонного нагревания со скоростью 6 К/ч на воздухе при нормальном атмосферном давлении на больших образцах объемом $8,5 \text{ см}^3$. Нагревание с небольшой скоростью материалов с низкой теплопроводностью позволяет избегать значительных ошибок при выборе референтной базовой температуры.

Измерения проводили не только на образцах всей гибкой теплоизоляции, но и на отдельных ее компонентах: войлоке и ткани. Выполнено несколько измерений на одних и тех же образцах при нагревании с одинаковой скоростью. Результаты измерений приведены на рис. 4 и 5.

Тепловые эффекты, отмеченные при нагревании образцов, вызваны удалением адсорбированной воды и сгоранием замасливателей при нагревании до ~ 400 °C. Так называемые замасливатели используют в некоторых технологических процессах – например, при склеивании отдельных тонких волокон в нить, кручении нити и изготовлении ткани. Они применяются для защиты поверхности волокон от повреждений, которые впоследствии для волокон из аморфного оксида кремния могут стать центрами кристаллизации и приводить к разрушению этих волокон. Самый значительный тепловой эффект в области температур 520–530 °C происходит с выделением тепла при сгорании кремнийорганического связующего КО-928 в ткани. Это связующее позволяет получить ткань необходимого качества. При нагревании до максимальной рабочей температуры все эти компоненты удаляются, и впоследствии в гибкой теплоизоляции связующее отсутствует.

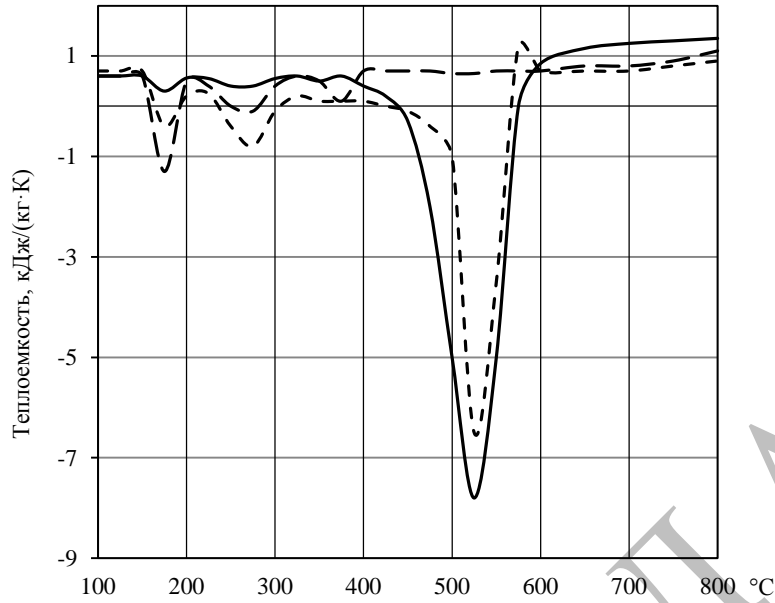


Рис. 4. Температурная зависимость теплоемкости гибкой теплоизоляции (—) и ее компонентов – стеклоткани (- -) и войлока (- · -) – при первом нагревании со скоростью 6 К/ч на воздухе

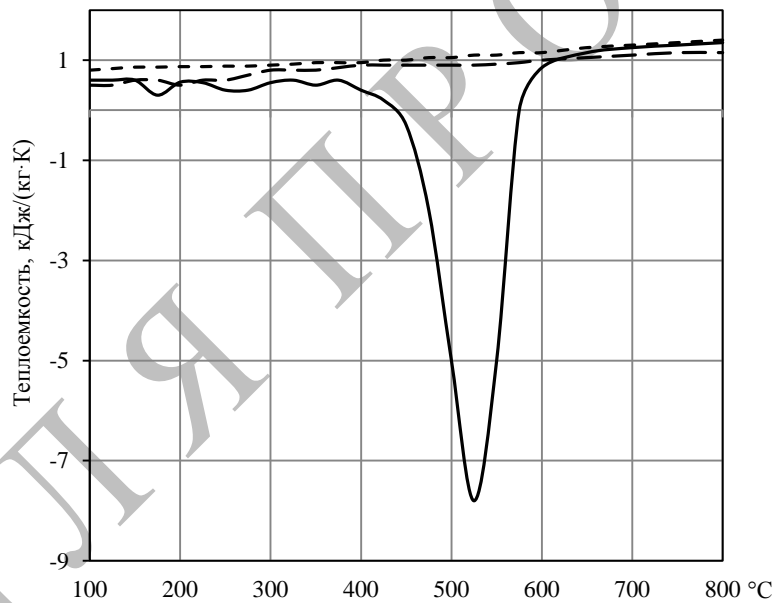


Рис. 5. Температурная зависимость теплоемкости гибкой теплоизоляции при первом (—) и повторном нагреваниях (- · -) со скоростью 6 К/ч на воздухе (- - - справочные данные по SiO₂ [12])

Для оценки влияния отмеченных тепловых эффектов на температуру защищаемой поверхности, под руководством П.В. Просунцова решена задача по расчету комбинированного радиационно-кондуктивного теплообмена для температурно-временных условий нагревания, соответствующих условиям выхода на орбиту и спуска многоразового воздушно-космического летательного аппарата «Буран». Численно решалось одномерное нестационарное уравнение теплопроводности с внутренними источниками тепла, мощность которых задавалась по измеренным значениям тепловых эффектов, определенных при исследовании теплоемкости. В результате было установлено, что

даже такой значительный тепловой эффект, связанный с выгоранием связующего, может вызвать повышение температуры на защищаемой поверхности только на 3–5 °С, что не является критическим для конструкции. Такое незначительное повышение температуры происходит из-за того, что материал теплоизоляции не прогревается одновременно на всю толщину при выходе аппарата «Буран» на орбиту, когда температурно-временные условия нагревания внешней поверхности более щадящие, чем при посадке. Температурный фронт, распространяясь в слое тепловой защиты с конечной скоростью, вызывает перегрев лишь в тонком слое, который постепенно распространяется по толщине внешней тепловой защиты от горячей поверхности к защищаемой конструкции.

Следует также учесть, что первому нагреванию внешняя тепловая защита из материала теплоизоляции подвергается при выходе летательного аппарата на орбиту, когда тепловой режим не является таким жестким, как при входе в плотные слои атмосферы при посадке. При повторном нагревании, как видно из результатов, представленных на рис. 5, тепловой эффект отсутствует. Тепловые эффекты, снижающие эффективность тепловой защиты, отсутствуют. Можно сделать вывод о том, что при взлете космического аппарата «Буран» происходит естественная одновременная термобработка гибкой теплоизоляционной конструкции.

Заключения

Измерена теплопроводность гибкого теплоизоляционного материала до температуры 800 °С, т. е. во всем интервале его рабочих температур, с максимальной относительной погрешностью ±7%. Эта погрешность в ~2 раза меньше, чем при измерении теплопроводности на цилиндрических образцах из-за более низкой максимальной температуры эксперимента и возможности двойного измерения теплового потока в образце. Поскольку тепловой поток измеряли 2 раза: во-первых, входящий – по мощности нагревателя, и, во-вторых, выходящий – по перепаду температур в дне коробки из материала ТЗМК-25 с известной теплопроводностью.

При повышении температуры рост теплопроводности гибкой теплоизоляции плотностью 120 кг/м³ происходит менее интенсивно по сравнению с материалом ТЗМК-10 плотностью 144 кг/м³. Это происходит из-за того, что в материале теплоизоляции волокна в результате специальной укладки и последующего поджатия при прошивке всей конструкции ориентированы в основном перпендикулярно направлению теплового потока, что увеличивает коэффициент ослабления излучения.

Измерена теплоемкость гибкого теплоизоляционного материала. Отмечены процессы сгорания замасливателей в диапазоне температур от 170 до 180 °С, которые используются для получения требуемого качества ткани и защиты поверхности волокон от механических повреждений, а также процессы удаления влаги при температуре до 300 °С и сгорания кремнийорганического связующего в диапазоне температур от 520 до 530 °С. Максимальная относительная погрешность измерений теплоемкости оценивается в ±3%.

В результате численного решения задачи комбинированного теплообмена получено, что при температурно-временном режиме, реализованном при выходе многофазного космического аппарата типа «Буран» на орбиту, отмеченные тепловые эффекты в теплоизоляции приводят к росту температуры на защищаемой поверхности не более чем на 3–5 °С, что не является критическим. При втором нагревании в наиболее жестком температурно-временном режиме, соответствующем посадке летательного аппарата, тепловые эффекты отсутствуют, и конструкция работает как высокоэффективная теплоизоляция.

Библиографический список

1. Житнюк С.В. Бескислородные керамические материалы для аэрокосмической техники (обзор) // Труды ВИАМ. 2018. №8 (68). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-8-81-88.
2. Полежаев Ю.В., Юревич Ф.Б. Тепловая защита. М.: Энергия, 1976. 392 с.
3. Решение «проблемы №1». URL: http://www.astronaut.ru/bookcase/article/article76.htm?reload_coolmenus (дата обращения: 02.12.2020).
4. Баринов Д.Я., Оспенникова О.Г., Мараховский П.С., Зуев А.В. Изучение динамики прогрева деструктирующего материала методом математического моделирования температурных полей // Труды ВИАМ. 2019. №8 (80). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-8-109-118.
5. Crouch R.K., Walberg G.D. An investigation on ablation behavior of AVCOAT 5026/39M over a wide range of thermal environments // NASA Technical Memorandum. 1969. No. X-1778. 36 p.
6. 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.
7. Доспехи для «Бурана». Материалы и технологии ВИАМ для МКС «Энергия–Буран» / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука и жизнь, 2013. 128 с.
8. Каблов Е.Н. Становление отечественного космического материаловедения // Вестник РФФИ. 2017. №3. С. 97–105.
9. Ивахненко Ю.А., Баруздин Б.В., Варрик Н.М., Максимов В.Г. Высокотемпературные волокнистые уплотнительные материалы // Авиационные материалы и технологии. 2017. №8. С. 272–289. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-272-289.
10. Степанова Е.В., Зимичев А.М. Теплоизоляционный материал для шнуров из волокон тугоплавких оксидов // Труды ВИАМ. 2020. №2 (86). Ст. 08. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 01.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2020-0-2-72-80.
11. Зуев А.В., Просунцов П.В. Модель структуры волокнистых теплоизоляционных материалов для анализа процессов комбинированного теплопереноса // Инженерно-физический журнал. 2014. Т. 87. №6. С. 1319–1330.
12. Зуев А.В., Просунцов П.В., Майорова И.А. Расчетно-экспериментальное исследование процессов теплопереноса в высокопористых волокнистых материалах // Тепловые процессы в технике. 2014. Т. 6. №9. С. 410–420.
13. Зуев А.В., Заричняк Ю.П., Размахов М.Г. Предпосылки к выбору модели структуры высокопористых волокнистых материалов для учета влияния технологических факторов и расчета теплопереноса // Труды ВИАМ. 2019. №12 (84). Ст. 12. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 02.12.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-12-109-118.
14. Алифанов О.М., Будник С.А., Михайлов В.В., Ненарокомов А.В. Экспериментально-вычислительный комплекс для исследования теплофизических свойств теплотехнических материалов // Тепловые процессы в технике. 2010. Т. 1. №2. С. 49–60.
15. Черепанов В.В. Математическое моделирование спектральных и теплофизических свойств пеностеклоуглерода // Тепловые процессы в технике. 2011. Т. 3. №9. С. 386–399.
16. Кржижановский Р.Е., Штерн З.Ю. Теплофизические свойства неметаллических материалов. Окислы. Л.: Энергия, 1973. 335 с.

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

Фамилия, имя, отчество	Должность, ученая степень
<i>ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» ГНЦ РФ; e-mail: admin@viam.ru</i>	
Абрамова Мария Геннадьевна	Начальник лаборатории, к.т.н.
Азаровский Евгений Николаевич	Инженер 1 категории
Бабашов Владимир Георгиевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Бакрадзе Михаил Михайлович	Заместитель генерального директора по металлическим материалам, к.т.н.
Баринов Дмитрий Яковлевич	Инженер 2 категории
Басаргин Олег Витальевич	Ведущий инженер
Валеев Руслан Анверович	Начальник лаборатории, к.т.н.
Востриков Алексей Владимирович	Начальник научно-исследовательского отделения, к.т.н.
Горлов Дмитрий Сергеевич	Ведущий инженер
Громов Валерий Игоревич	Заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н.
Донецкий Кирилл Игоревич	Заместитель начальника лаборатории, к.х.н.
Доронин Олег Николаевич	Заместитель начальника лаборатории по науке, к.т.н.
Емельянов Виктор Владимирович	Инженер
Ерасов Владимир Сергеевич	Ведущий научный сотрудник, к.т.н.
Железняк Вячеслав Геннадьевич	Начальник лаборатории, к.т.н.
Зимичев Александр Михайлович	Начальник сектора, к.т.н.
Зув Андрей Владимирович	Заместитель начальника лаборатории, к.т.н.
Караваев Роман Юрьевич	Начальник сектора
Королев Дмитрий Викторович	Старший научный сотрудник, к.х.н.
Кочетков Алексей Сергеевич	Начальник сектора, к.т.н.
Краснов Лаврентий Лаврентьевич	Главный научный сотрудник лаборатории, к.т.н.
Кузнецова Вера Аркадьевна	Начальник сектора, к.т.н.
Леонов Андрей Александрович	Ведущий инженер
Марченко Сергей Андреевич	Инженер
Моргунов Роман Борисович	Ведущий научный сотрудник, д.ф.-м.н.
Орешко Евгений Игоревич	Старший научный сотрудник, к.т.н.
Пискорский Вадим Петрович	Заместитель начальника лаборатории по науке, д.т.н.
Романенко Дмитрий Николаевич	Ведущий инженер
Севальнев Герман Сергеевич	Ведущий инженер
Степанова Елена Васильевна	Старший научный сотрудник, к.т.н.
Терехов Иван Владимирович	Научный сотрудник, к.х.н.
Ткачук Анатолий Иванович	Начальник сектора, к.х.н.
Уткин Денис Антонович	Техник
Яковлев Николай Олегович	Начальник лаборатории, к.т.н.
Якушева Наталья Александровна	Начальник сектора
<i>АО «ОДК-Авиадвигатель»; e-mail: office@avid.ru</i>	
Черкашнев Наталья Николаевна	Главный металлург – начальник отделения главного металлурга
<i>АО «Выксунский металлургический завод»; e-mail: vzm@vsw.ru</i>	
Удод Кирилл Анатольевич	Главный специалист, к.т.н.
<i>ПАО «ОДК-Кузнецов»; e-mail: motor@kuznetsov-motors.ru</i>	
Степаненко Евгений Валерьевич	Инженер-технолог
<i>ФГБУН «Институт проблем химической физики» РАН; e-mail: office@icp.ac.ru</i>	
Дворецкая Елизавета Витальевна	Аспирант
Коплак Оксана Вячеславовна	Начальник лаборатории, д.ф.-м.н.
<i>ФГАОУ ВО «Национальный исследовательский университет ИТМО»; e-mail: od@itmo.ru</i>	
Заричняк Юрий Петрович	Профессор, д.ф.-м.н.

AUTHORS' INFORMATION

Authors' names	Position, academic degree
<i>FSUE «All-Russian scientific research institute of aviation materials» SSC of RF; e-mail: admin@viam.ru</i>	
Maria G. Abramova	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Evgeny N. Azarovskiy	First Category Engineer
Vladimir G. Babashov	Chief of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Michail M. Bakradze	Deputy Director General for metallic materials, Candidate of Sciences (Tech.)
Dmitriy Ya. Barinov	Second Category Engineer
Oleg V. Basargin	Leading engineer
Ruslan A. Valeev	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Aleksey V. Vostrikov	Head of Scientific-Research Bureau, Candidate of Sciences (Tech.)
Dmitry S. Gorlov	Leading engineer
Valery I. Gromov	Deputy Head of Laboratory of Scientific, Candidate of Sciences (Tech.)
Kirill I. Donetskyy	Deputy Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Chem.)
Oleg N. Doronin	Deputy Head of Laboratory of Scientific, Candidate of Sciences (Tech.)
Viktor V. Emelyanov	Engineer
Vladimir S. Erasov	Leading Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
Vyacheslav G. Zheleznyak	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Alexander M. Zimichev	Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.)
Andrey V. Zyeu	Deputy Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Roman Yu. Karavaev	Head of Sector
Dmitry V. Korolev	Senior Researcher, Candidate of Sciences (Chem.)
Aleksey S. Kochetkov	Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.)
Lavrentiy L. Krasnov	Chief Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
Vera A. Kuznetsova	Head of Sector, Candidate of Sciences (Tech.)
Andrey A. Leonov	Leading Engineer
Sergey A. Marchenko	Engineer
Roman B. Morgunov	Leading Researcher, Doctor of Sciences (Phys. & Math.)
Evgeniy I. Oreshko	Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
Vadim P. Piskorskii	Deputy Head of Laboratory of Scientific Work, Doctor of Sciences (Tech.)
Dmitry N. Romanenko	Leading Engineer
German S. Sevalnev	Leading Engineer
Elena V. Stepanova	Senior Researcher, Candidate of Sciences (Tech.)
Ivan V. Terekhov	Researcher, Candidate of Sciences (Chem.)
Anatoly I. Tkachuk	Head of Sector, Candidate of Sciences (Chem.)
Denis A. Utkin	Technician
Nikolai O. Iakovlev	Head of Laboratory, Candidate of Sciences (Tech.)
Natalya A. Yakusheva	Head of Sector
<i>JSC «UEC-Aviadvigatel»; e-mail: office@avid.ru</i>	
Natalya N. Cherkashneva	Chief metallurgist – Head of department of chief metallurgist
<i>JSC «Vyksa Metallurgical Plant»; e-mail: vzm@vsw.ru</i>	
Kirill A. Udod	Chief Specialist, Candidate of Sciences (Tech.)
<i>PJSC «UEC-Kuznetsov»; e-mail: motor@kuznetsov-motors.ru</i>	
Evgeny V. Stepanenko	Engineer-technologist
<i>FSBIS «Institute of Problems of Chemical Physics» of RAS; e-mail: office@icp.ac.ru</i>	
Elizaveta B. Dvoretzkaya	Post-Graduate Student
Oksana V. Koplak	Head of Laboratory, Doctor of Sciences (Phys. & Math.)
<i>FSAEI HE ITMO University; e-mail: od@itmo.ru</i>	
Yuriy P. Zarichnyak	Professor, Doctor of Sciences (Phys. & Math.)

ТРЕБОВАНИЯ К РУКОПИСИ СТАТЬИ ПРИ ПОДГОТОВКЕ К ИЗДАНИЮ

1. Рукопись предоставляется в Редакционно-издательский отдел ФГУП «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 статьи должна быть подписана всеми авторами.

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:

- заголовков 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.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

КАЛЕНДАРЬ КОНФЕРЕНЦИЙ 2021

12
февраля

XIII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» по тематике:
«Цифровые технологии, моделирование и автоматизация процессов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли. Проблемы и перспективы внедрения»

16
апреля

Всероссийская научно-техническая конференция
«Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов и покрытий для авиационной и космической техники»

20–21
мая

VI Всероссийская научно-техническая конференция
«Климат-2021: современные подходы к оценке воздействия внешних факторов на материалы и сложные технические системы»

28
июня

V Всероссийская научно-техническая конференция
«Роль фундаментальных исследований при реализации Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»

19
июля

VII Всероссийская научно-техническая конференция
«Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники»

24
сентября

Всероссийская научно-техническая конференция
«Современные жаропрочные никелевые деформируемые сплавы и технологии их производства»

7–8
октября

VII Международная конференция
«Аддитивные технологии: настоящее и будущее»

22
октября

Всероссийская научно-техническая конференция
«Проблемы и перспективы развития металломатричных композиционных материалов»

19
ноября

V Всероссийская научно-техническая конференция
«Полимерные композиционные материалы и производственные технологии нового поколения»

10
декабря

Всероссийская научно-техническая конференция
«Функциональные и полимерные материалы для авиационного остекления»

ОРГАНИЗАЦИОННЫЙ КОМИТЕТ:



+7 (499) 263-89-17

Елена Аркадиевна Пашкова

+7 (499) 263-85-16

Кирилл Николаевич Катаев

+7 (499) 263-87-69

Наталья Владимировна Войтенко

Россия, 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17
Телефон: +7 (499) 261-86-77, факс: +7 (499) 267-86-09
E-mail: admin@viam.ru
www.viam.pф; www.viam.ru